



Organisation des Nations Unies
pour l'alimentation
et l'agriculture



Organisation
mondiale de la Santé

ÉTUDE FAO
PRODUCTION
VÉGÉTALE
ET PROTECTION
DES PLANTES

228

Manuel sur l'élaboration et l'utilisation des spécifications FAO/OMS pour les pesticides

Troisième révision de la première édition

PESTICIDE SPÉCIFICATIONS

Manuel sur l'élaboration et l'utilisation des spécifications FAO/OMS pour les pesticides

Troisième révision de la première édition

Préparé par la
Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications
de pesticides (JMPS)

Les appellations employées dans ce produit d'information et la présentation des données qui y figurent n'impliquent de la part de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) ni de l'Organisation mondiale de la Santé (OMS) aucune prise de position quant au statut juridique ou au stade de développement des pays, territoires, villes ou zones ou de leurs autorités, ni quant au tracé de leurs frontières ou limites. Les lignes en pointillé sur les cartes représentent des frontières approximatives dont le tracé peut ne pas avoir fait l'objet d'un accord définitif. La mention de sociétés déterminées ou de produits de fabricants, qu'ils soient ou non brevetés, n'entraîne, de la part de la FAO ou de l'OMS, aucune approbation ou recommandation desdits produits de préférence à d'autres de nature analogue qui ne sont pas cités. Sauf erreur ou omission, une majuscule initiale indique qu'il s'agit d'un nom déposé. La FAO et l'OMS ont pris toutes les dispositions voulues pour vérifier les informations contenues dans la présente publication. Toutefois, le matériel publié est distribué sans aucune sorte de garantie explicite ou implicite. La responsabilité quant à l'interprétation et à l'utilisation du matériel incombe au lecteur. En aucun cas, ni la FAO ni l'OMS ne sauraient être tenues responsables des préjudices subis du fait de son utilisation.

Les opinions exprimées dans ce produit d'information sont celles du/des auteur(s) et ne reflètent pas nécessairement les vues ou les politiques de la FAO ou de l'OMS.

ISBN 978-92-5-209265-0 (FAO)

© OMS/FAO, 2017

Tous droits réservés. L'OMS et la FAO encouragent l'utilisation, la reproduction et la diffusion des informations figurant dans ce produit d'information. Sauf indication contraire, le contenu peut être copié, téléchargé et imprimé aux fins d'étude privée, de recherches ou d'enseignement, sous réserve que l'OMS et la FAO soient correctement mentionnées comme sources et comme détentrices de droits d'auteur et à condition qu'il ne soit sous-entendu en aucune manière que l'OMS ou la FAO approuveraient les opinions, produits ou services des utilisateurs.

Les publications de l'Organisation mondiale de la Santé sont disponibles sur le site web de l'OMS (www.who.int) ou peuvent être achetées auprès des Éditions de l'OMS, Organisation mondiale de la Santé, 20 avenue Appia, 1211 Genève 27, Suisse (téléphone: +41 22 791 3264 ; télécopie: +41 22 791 4857; courriel: bookorders@who.int). Les demandes relatives à la permission de reproduire ou de traduire des publications de l'OMS – que ce soit pour la vente ou une diffusion non commerciale – doivent être envoyées aux Éditions de l'OMS via le site web de l'OMS à l'adresse http://www.who.int/about/licensing/copyright_form/en/index.html.

Toute demande relative aux droits de traduction ou d'adaptation, à la revente ou à d'autres droits d'utilisation commerciale doit être présentée au moyen du formulaire en ligne disponible à www.fao.org/contact-us/licence-request ou adressée par courriel à copyright@fao.org.

Les produits d'information de la FAO sont disponibles sur le site web de la FAO (www.fao.org/publications) et peuvent être achetés par courriel adressé à publications-sales@fao.org.

Table des matières

Clause de non-responsabilité	VII
Procédures pour gérer les données confidentielles et exclusives et les possibles conflits d'intérêt	VIII-IX
Contexte des spécifications de la FAO et de l'OMS pour les pesticides..	X-XIII
1. Introduction	
1.1 Portée des spécifications	1-2
1.2 La JMPS	2
1.3 Liaison avec les autres organisations internationales	2-5
1.4 Participation de l'industrie des pesticides.....	5-6
1.5 Objectif et utilisation des spécifications.....	6-8
1.6 Accès aux spécifications de la FAO et de l'OMS	8
2. Le processus d'élaboration des spécifications FAO/OMS	
2.1 Catégories de spécifications et leur statut.....	9-10
2.2 Soumission des propositions et des données	10
2.3 Réunions et fonctions de la JMPS	10-11
2.4 Confidentialité des informations	11-12
2.5 Calendrier et principes de l'élaboration des spécifications.....	12-16
2.6 Publication des spécifications	16-17
2.7 Examen des spécifications.....	17-18
2.8 Aperçu des informations nécessaires pour les spécifications	18-19
2.9 Acceptabilité des méthodes d'essai analytiques et physiques	19-20
3. Données à fournir et procédures d'élaboration des spécifications FAO/OMS	
3.1 Données minimales requises à fournir en appui à la spécification de référence pour un principe actif.....	21-28
A Données requises pour les matières actives de qualité technique et pures (TC/TK)	22-25
B Données requises pour les formulations	25-26
C Méthodes d'analyse et d'essai du TC/TK et des formulations	26
D Détermination de la pertinence ou de la non-pertinence des impuretés.....	26-28
3.2 Données minimales requises pour l'extension d'une spécification existante à un fabricant supplémentaire ou à une nouvelle voie de fabrication.....	29-33
E Données requises pour la détermination de l'équivalence	30
F Détermination de l'équivalence	30-33
3.3 Extension des spécifications LN.....	33-34
3.4 Rapports d'évaluation	34-37
3.5 Procédures de prise de décision et d'action pour traiter les soumissions des proposants initiaux et ultérieurs	37-38
3.6 Critères de priorité pour l'élaboration et la revue des spécifications.....	38-39
4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses des spécifications	
Introduction.....	41-42
4.1 Intitulé et code	42-43
4.2 Description	43-44
4.3 Principe actif	
4.3.1 Tests d'identité	44-45
4.3.2 Teneur en principe actif.....	45-47

4.3.3	Tolérances élargies pour la teneur en principe actif de formulations solides mixtes.....	47-48
4.3.4	Uniformité de la dose des comprimés	48
4.3.5	Taux de libération, ou indice de rétention au lavage, du principe actif.....	48-49
4.3.6	Principe actif «libre»	49-50
4.4	Impuretés pertinentes	
4.4.1	Sous-produits de la fabrication ou du stockage.....	50-51
4.4.2	Eau	51-52
4.4.3	Insolubles	52
4.5	Propriétés physiques	
	Introduction.....	52-54
4.5.1 à 10	Densité (densité versée et en vrac après tassement).....	54
4.5.11 à 20	Surface (mouillabilité, mousse persistante)	54-55
4.5.21 à 30	Volatilisation (volatilité)	55-56
4.5.31 à 40	Particules, fragmentation et adhérence (tamis humide, tamis sec, granulométrie nominale, résistance à l'attrition ou degré d'attrition, intégrité des comprimés, adhérence aux semences, gamme granulométrique, dureté des comprimés).....	56-60
4.5.41 à 50	Dispersion (dispersibilité et spontanéité de la dispersion, temps de désintégration, suspensibilité, stabilité de la dispersion, stabilité de l'émulsion)	60-64
4.5.51 à 60	Flux (fluidité, faculté d'écoulement, viscosité).....	64-65
4.5.61 à 70	Solution et dissolution (acidité, alcalinité, intervalle de pH, miscibilité à l'huile, dissolution des sacs solubles dans l'eau, degré de dissolution, stabilité de la solution).....	66-67
4.6	Stabilité au stockage (à 0 °C, à température élevée).....	67-71
5.	Directives relatives aux spécifications concernant les produits techniques et les prémélanges (à l'exception des TK microbiens)	
	Introduction.....	73
5.1	Produits techniques (TC).....	74-75
5.2	Pré-mélanges (TK).....	76-77
6.	Directives relatives aux spécifications pour les formulations solides	
	Classification des formulations solides	79
6.1 à 6.10	Formulations solides pour utilisation directe	
6.1	Poudres pour poudrage (DP).....	80-81
6.2	Poudres pour traitement des semences à sec (DS)	82-84
6.3	Granulés (GR)	85-87
6.4	Comprimés pour application directe (DT)	88-90
6.11 to 6.20	Formulations solides pour dispersion	
6.11a	Poudres mouillables (WP)	91-93
6.11b	Poudres mouillables dans un sac étanche soluble dans l'eau (WP-SB)	94-97
6.12	Poudres dispersables dans l'eau pour le traitement humide des semences (WS).....	98-100
6.13a	Granulés dispersables dans l'eau (WG)	101-104
6.13b	Granulés dispersables dans l'eau dans un sac étanche soluble dans l'eau (WG-SB)	105-109

6.16	Poudres émulsionnables (EP).....	117-119
6.21 à 6.30 Formulations solides pour dissolution		
6.21	Poudres solubles dans l'eau (SP)	120-124
6.22	Poudres solubles dans l'eau pour traitement des semences (SS).....	125-127
6.23	Granulés solubles dans l'eau (SG).....	128-132
6.24	Comprimés solubles dans l'eau (ST).....	133-136
7. Directives relatives aux spécifications pour les pesticides formulés liquides		
Classification des formulations liquides		137
7.1 à 7.10 Solutions simples		
7.1	Concentrés solubles (SL).....	138-140
7.2	Liquide pour le traitement des semences (LS).....	140-143
7.3	Liquides miscibles à l'huile (OL).....	144-145
7.4	Liquides pour application à très bas volume (UL)	146-148
7.5	Formulation de gel pour application directe (GD).....	149-151
7.11 à 7.20 Solutions pour dispersion		
7.11	Concentrés émulsionnables (EC).....	152-154
7.12	Concentrés dispersables (DC)	155-157
7.21 à 7.30 Émulsions		
7.21	Émulsions, huile dans l'eau (EW).....	158-161
7.22	Émulsions pour le traitement des semences (ES).....	162-164
7.23	Micro-émulsions (ME).....	165-167
7.31 à 7.40 Suspensions		
7.31	Suspensions concentrées (SC).....	168-171
7.32	Suspension concentrées pour traitement des semences (FS).....	172-175
7.33	Suspensions de capsules (CS)	176-180
7.34	Suspensions concentrées huileuses (OD).....	181-184
7.41 à 7.50 Formulations liquides à caractères multiples		
7.41	Suspensions-émulsions aqueuses (SE).....	185-188
7.42	Formulations mixtes de CS et SC (ZC)	189-193
7.43	Formulations mixtes de CS et EW (ZW).....	194-198
7.44	Formulations mixtes de CS et SE (ZE).....	199-203
8. Directives relatives aux spécifications des pesticides préparés comme, ou utilisés dans, des dispositifs d'application		
Classification des dispositifs formulés/préparés		205
8.1	Spirales anti-moustiques (MC).....	206-211
8.2	Plaquettes électriques (MV).....	212-214
8.3	Vaporisateurs pour liquides (LV)	215-218
8.11	Asperseurs aérosols (AE).....	219-226
8.21	Filets insecticides ou moustiquaires longue durée (LN).....	227-234
8.22	Formulation à libération par matrice (MR).....	235-239
8.23	Sac de stockage longue durée (LB)	240-245
9. Directives relatives aux spécifications des pesticides microbiens		
Classification des pesticides microbiens		247
Introduction.....		248
9.1	Pré-mélanges de larvicides bactériens (TK).....	249-254
9.11	Larvicides bactériens en poudres mouillables (WP)	255-260

9.12	Larvicides bactériens en granulés dispersables dans l'eau (WG).....	261-267
9.13	Larvicides bactériens en comprimés dispersables dans l'eau (WT).....	268-274
9.21	Larvicides bactériens en concentré fluidifiable (SC).....	275-281
Annexe A	Liste de vérification pour la soumission des demandes d'élaboration de spécifications de la FAO et/ou de l'OMS ...	282-287
Annexe B	Approvisionnement et certification des substances de référence.....	288
Annexe C	Glossaire des termes	289-296
Annexe D	Codage des ingrédients actifs, des spécifications et du statut de la méthode.....	297
Annexe E	Codes de CropLife International pour les pesticides techniques et formulés	299-304
Annexe F	Déclarations d'intérêts et de confidentialité des experts de la FAO/OMS.....	305-313
Annexe G	Lettre recommandée d'accès aux informations confidentielles	314
Annexe H	Calcul de la contribution dans le pire des cas possibles d'une impureté aux dangers toxiques du principe actif	315-316
Annexe J	Calcul des tolérances élargies de la teneur en ingrédient actif des formulations solides mixtes.....	317-318

Clause de non-responsabilité¹

Les spécifications de la FAO et de l'OMS sont élaborées avec pour objectif premier de promouvoir, dans la mesure du possible, la fabrication, la distribution et l'utilisation de pesticides qui répondent aux exigences élémentaires en matière de qualité.

La conformité aux spécifications ne constitue pas une approbation ou la garantie de l'adéquation d'un pesticide particulier à un usage particulier, notamment sa pertinence pour la lutte contre un ravageur donné, ou de la pertinence de son utilisation dans une zone particulière. Du fait de la complexité des problèmes impliqués, l'adéquation des pesticides à un objectif particulier ainsi que le contenu des instructions de l'étiquetage doivent être décidés au niveau national ou provincial.

En outre, les pesticides qui sont fabriqués pour se conformer à ces spécifications ne sont exemptés d'aucune réglementation en matière de sécurité ou de toute autre disposition juridique ou administrative applicable à leur fabrication, vente, transport, entreposage, manutention, préparation et/ou utilisation.

La FAO et l'OMS déclinent toute responsabilité pour toute blessure, décès, perte, dommage ou autre préjudice de toute sorte qui pourrait se produire suite à, ou en relation avec, la fabrication, la vente, le transport, l'entreposage, la manutention, la préparation et/ou l'utilisation de pesticides qui sont fabriqués, ou revendiquent avoir été fabriqués, pour se conformer à ces spécifications.

En outre, la FAO et l'OMS souhaitent alerter les utilisateurs sur le fait que de mauvaises conditions d'entreposage, de manutention, de préparation et/ou d'utilisation des pesticides peuvent entraîner une diminution ou une perte totale de sécurité et/ou d'efficacité

La FAO et l'OMS ne sont pas responsables, et déclinent toute responsabilité, pour les essais des pesticides en vue de la conformité aux spécifications, et pour toute méthode recommandée et/ou utilisée pour les essais de conformité. Par conséquent, la FAO et l'OMS ne garantissent ni ne certifient en aucune manière que les pesticides revendiqués comme conformes à une spécification de la FAO ou de l'OMS le sont réellement.

¹ La clause de non-responsabilité s'applique à toutes les spécifications publiées par la FAO et l'OMS.

Procédures pour le traitement des données confidentielles et exclusives sur les pesticides et des conflits d'intérêt potentiels par la Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications de pesticides (JMPS)

Cette déclaration a été préparée afin d'assurer et vérifier la transparence du processus d'évaluation des données par la JMPS (un processus essentiel pour l'élaboration de spécifications de pesticides acceptables sur le plan international), tout en respectant le besoin légitime de l'industrie de protéger des secrets commerciaux (par ex. le résultat de leurs recherches, des informations commerciales confidentielles).

- a) Il est demandé à l'auteur d'une spécification de fournir toutes les données pertinentes Sections 3.1 et 3.2 de ce Manuel, ainsi que toute autre information légitimement requise par la FAO et/ou l'OMS aux fins de la JMPS. Les informations confidentielles concernant le processus de fabrication et d'autres secrets commerciaux doivent être clairement identifiées par l'auteur de la proposition l'auteur de la proposition, afin que ces informations ne soient pas publiées dans le résumé de l'évaluation ou divulguées par inadvertance à des tiers.
- b) Quand un fabricant met à disposition des données ou informations confidentielles et exclusives aux fins d'évaluation par la JMPS, la FAO et l'OMS s'engagent à respecter et à protéger les données contre toute publication ou divulgation non autorisées et à fournir les installations nécessaires, au Siège de la FAO à Rome ou au Siège de l'OMS à Genève pour garantir de bonnes conditions de traitement et de sécurité des données mentionnées ci-dessus.
- c) L'ensemble de données reçu par la FAO ou l'OMS aux fins d'évaluation sera envoyé à l'expert, participant à la JMPS, auquel a été attribuée l'évaluation du composé pour examen par la réunion à huis clos (voir glossaire) à venir. Sinon, la FAO et l'OMS peuvent inviter le fabricant à envoyer l'ensemble de données directement à l'évaluateur désigné avec une autre copie à la FAO ou à l'OMS selon les besoins. Il est demandé aux fabricants et aux membres de la JMPS d'envoyer en copie toutes les communications (par ex. correspondance, pièces jointes) aux secrétaires de la FAO ou de l'OMS le cas échéant. Voir également 2.2 (Soumission des propositions et des données) pour la communication entre le l'auteur de la proposition et l'évaluateur.
- d) Lorsque la FAO ou l'OMS organiseront l'expédition ou enverront les données ou informations confidentielles et exclusives à un expert désigné participant à la JMPS, elles donneront pour instructions à l'expert de ne pas faire de copies de tout ou partie des données, ni de partager ou utiliser les données à des fins autres que l'évaluation de la spécification proposée et la présentation correspondante du projet d'évaluation à la réunion à huis clos. L'expert sera prié de reconnaître par écrit qu'il/elle accepte ces conditions en signant l'engagement de confidentialité et les restrictions d'utilisation.
- e) En raison des problèmes de sécurité relatifs à la transmission électronique, les membres de la JMPS doivent éviter d'envoyer des informations confidentielles par courriel ou autres moyens électroniques. L'utilisation de copies papier ou un support de stockage optique pour envoyer des informations confidentielles est recommandée. Lorsqu'un support de stockage optique est utilisé pour l'envoi d'informations confidentielles, les informations doivent être protégées par encodage ou par un mot de passe.
- f) Lors de réunions à huis clos, les experts participant à la JMPS seront priés de signer un engagement afin que soit respectée la confidentialité des données exclusives, toute discussion s'y rapportant ainsi que les restrictions d'utilisation. Les délibérations

de la JMPS seront enregistrées dans le rapport confidentiel de la réunion à huis clos qui sera conservé par la FAO et l'OMS.

- g) Les experts participant à la JMPS devront signer une déclaration de leurs intérêts réels ou potentiels dans les informations, propositions ou pesticides à l'étude. Les experts ne participeront pas aux discussions dans lesquelles leurs intérêts déclarés donnent lieu à un conflit d'intérêt, sauf pour fournir des informations à la JMPS si nécessaire.
- h) Suite à la réunion à huis clos et à l'achèvement de l'évaluation et des spécifications, toutes les données (y compris les données exclusives) seront retournées à la FAO ou à l'OMS par l'expert désigné et conservées en sécurité aux sièges de la FAO ou de l'OMS. Autrement, si une copie des données a déjà été fournie à la FAO ou à l'OMS, l'évaluateur doit détruire l'autre copie de l'ensemble de données ou la retourner à l'auteur de la proposition. Par la suite, les données et informations confidentielles seront accessibles uniquement aux fins de la détermination de l'équivalence ou de l'examen des spécifications, dans des procédures similaires. Les données confidentielles ne deviennent pas la propriété de la FAO ou de l'OMS. Quand une spécification est retirée, la FAO ou l'OMS contacteront, si possible, l'auteur de la proposition qui a soumis à l'origine les données pour déterminer si l'ensemble de données doit être détruit ou lui être retourné.
- i) Dans la détermination de l'équivalence, si la limite existante pour une impureté pertinente est dépassée par les produits techniques supplémentaires ou prémélanges (TC/TK supplémentaire), on peut s'attendre à ce que la FAO et/ou l'OMS demandent des informations auprès de l'auteur de la proposition supplémentaire sur les niveaux accrus d'impuretés pertinentes. Lorsqu'il y a une nouvelle impureté, ou un dépassement de la limite des 50 pour cent ou des 3 g/kg pour les impuretés non pertinentes, les requêtes pour de nouvelles informations auprès de l'auteur de la proposition supplémentaire ne feront référence qu'aux données sur les impuretés fournies par le deuxième auteur de la proposition. Aucune référence ne sera faite à des données possédées par d'autres auteurs de proposition à part celles dont on peut conclure par déduction que la limite des 50 pour cent ou des 3 g/kg a été dépassée. Dans ce cas, toutes les précautions seront prises pour éviter toute divulgation involontaire d'informations confidentielles.

Contexte des spécifications de la FAO et de l'OMS pour les pesticides

Spécifications de la FAO

Agissant sur les recommandations de la Conférence de la FAO sur les pesticides dans l'agriculture¹, qui avaient été approuvées par la deuxième session du Comité d'experts de la FAO sur les pesticides dans l'agriculture², le directeur général de la FAO a mis en place un Groupe de travail de la FAO sur le contrôle officiel des pesticides le 25 juillet 1963 en vertu des dispositions des statuts du Comité d'experts de la FAO sur les pesticides dans l'agriculture.

L'objectif et le mandat du Groupe de travail étaient de conseiller et d'assister le directeur général sur toutes les questions relatives au contrôle officiel des pesticides, et de préparer un modèle d'accréditation et une procédure d'homologation; de fournir des directives sur l'efficacité et la sécurité dans l'utilisation et le transport; et de produire des spécifications pour les pesticides utilisés dans l'agriculture analogues à celles préparées par l'Organisation mondiale de la santé (OMS) aux fins de santé publique.

Le Groupe de travail a par la suite été divisé en deux sections: la Section A, pour préparer un modèle type pour le contrôle officiel des pesticides et pour fournir des orientations sur l'étiquetage; et la Section B, pour préparer les spécifications des pesticides utilisés dans la protection des végétaux.

En 1975, le Groupe de travail a été renommé Groupe d'experts FAO des spécifications, critères d'homologation et normes d'application des pesticides³. Son objectif et son mandat sont de conseiller le directeur général sur le contrôle officiel des pesticides, une méthodologie d'application sûre et efficace et des normes d'essais biologiques, notamment en ce qui concerne l'élaboration et l'adoption de spécifications pour les pesticides agricoles. La Section B du Groupe de travail est devenue le Groupe sur les spécifications. En 1989, le Groupe d'experts sur la procédure de consentement préalable a fusionné avec les autres groupes pour faire partie du Groupe d'experts FAO des spécifications, critères d'homologation et normes d'application des pesticides et du principe de procédure de consentement préalable. Le Groupe sur les spécifications a tenu des réunions formelles en 1977, 1979, 1981, 1992, 1997 et 1998 et, pendant de nombreuses années, a tenu des réunions techniques (informelles) supplémentaires en association avec la Commission internationale des méthodes d'analyse des pesticides (CIPAC)

La première édition du Manuel des spécifications de la FAO a été publiée en 1971 sous la référence Collection FAO: Progrès et mise en valeur. Agriculture n° 93. Les deuxième, troisième et quatrième éditions ont été publiées en 1979, 1987 et 1995, sous les références Étude FAO Production végétale et protection des plantes n° 13, n° 85 et n° 128, respectivement.

En 1996, un projet de plan a été préparé par le Groupe FAO sur les spécifications pour modifier les procédures par lesquelles les spécifications étaient élaborées et appliquées. Les objectifs étaient de (i) préparer des spécifications par une procédure d'évaluation formelle et transparente analogue à celle employée par la

¹ FAO. Rapport de la Conférence de la FAO sur les pesticides dans l'agriculture. Rome, 1962.

² FAO. Rapport de la Réunion du Comité d'experts de la FAO sur les pesticides dans l'agriculture. Rome, 1962.

³ FAO. Rapport de la 9^e session du Comité d'experts de la FAO sur les pesticides dans l'agriculture. Rome, 1975.

Réunion conjointe FAO/OMS sur les résidus de pesticides (JMPR); (ii) de permettre aux évaluations par la JMPR de la toxicologie et des résidus de pesticides d'être liées aux évaluations des ingrédients actifs techniques; et (iii) de limiter la portée des spécifications aux fabricants dont les ingrédients actifs techniques ont été évalués par le Groupe. Après une large consultation et des commentaires des parties intéressées, les procédures ont été adoptées par le Groupe de la FAO lors de réunions formelles tenues à Rome en octobre 1998. Les nouvelles procédures ont été présentées dans la cinquième édition du Manuel (Étude FAO Production végétale et protection des plantes n° 149, 1999). De plus, le Manuel a été largement réorganisé. Des déclarations ont été fournies sur le but, l'applicabilité, les méthodes et les exigences de toutes les clauses de spécification, qui ont été regroupées selon des caractéristiques générales. De même, pour plus de clarté et pour simplifier la comparaison, les lignes directrices des spécifications ont été regroupées selon les caractéristiques générales des produits impliqués. Une version espagnole de la 5e édition du Manuel est parue en 2001.

Les spécifications élaborées dans le cadre des deux procédures ont l'air semblable apparemment à première vue mais elles ont une base très différente. Les spécifications élaborées dans le cadre de l'ancienne procédure pouvaient être appliquées à n'importe quel produit des fabricants. Les spécifications élaborées dans le cadre de la nouvelle procédure s'appliquent uniquement aux produits des fabricants dont les données ont été évaluées par le Groupe sur les spécifications. Avant 1999, toutes les spécifications étaient produites sur papier uniquement. Dans le cadre de la nouvelle procédure, les spécifications sont publiées sur internet et disponibles en version imprimée uniquement sur demande. Les spécifications publiées sur internet sont intégrales avec les évaluations correspondantes des données, afin que les utilisateurs des spécifications puissent être informés des données et du raisonnement scientifique qui appuie la spécification.

Spécifications de l'OMS

Le système OMS d'évaluation des pesticides (WHOPES) a été mis en place en 1960 et demeure le seul programme international qui promeut et coordonne les tests et l'évaluation des pesticides destinés à la santé publique. Le Code international de conduite pour la distribution et l'utilisation des pesticides¹ constitue un cadre pour le WHOPES dans la promotion de la gestion et de l'utilisation en toute sécurité, de l'efficacité, de l'application rentable et du contrôle de qualité des formulations/produits pesticides utilisés en santé publique. L'élaboration des spécifications et des pesticides et du matériel d'application, à utiliser dans le commerce international et le contrôle de qualité, fait partie intégrante du programme de WHOPES.

Le WHOPES fonctionne en étroite collaboration avec les programmes nationaux de lutte contre les maladies et les ravageurs et les autorités nationales d'homologation des pesticides, de nombreuses organisations et institutions internationales et régionales concernées par la législation, la réglementation et la gestion des pesticides, des instituts de recherche et avec l'industrie.

¹ Code international de conduite pour la gestion des pesticides, FAO Rome et OMS Genève 2014. <http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/code/en/> (mars 2015)

Les recommandations du WHOPES prennent en compte les données existantes publiées et non publiées et sont basées sur l'examen des différents facteurs qui peuvent influencer la performance des produits pour une application donnée. Les recommandations sont destinées à une utilisation au niveau mondial mais des essais locaux à petite échelle du produit sont nécessaires pour déterminer la performance dans des conditions locales spécifiques et pour des espèces cibles.

Les objectifs globaux du WHOPES sont de :

- faciliter la recherche de méthode d'application et de pesticides alternatifs qui soient sans danger et économiques; et
- élaborer et promouvoir des politiques, stratégies et directives en vue d'une utilisation sélective et judicieuse de pesticides utilisés en santé publique, et assister les Etats membres dans leur mise en œuvre et suivi.

Dans sa forme actuelle, mise en place en 1982, le WHOPES se compose d'un programme d'évaluation et d'essais en quatre phases.

Phase 1. L'efficacité et la persistance des pesticides techniques ou formulés sont testées à l'aide d'arthropodes élevés en laboratoire. Cette phase intègre également une étude de la résistance croisée avec les différentes classes de pesticides actuellement disponibles et la mise en place de concentrations diagnostiques provisoires pour la détection de la résistance du vecteur sur le terrain. Les composés sont également évalués, en étroite collaboration avec les unités appropriées de l'OMS et d'autres organisations internationales, pour leur innocuité pour l'homme et pour l'environnement. Les centres collaborateurs appropriés de l'OMS peuvent également être amenés à effectuer un minimum d'expérimentations en laboratoire pour permettre la confirmation des informations toxicologiques et écotoxicologiques de base mises à disposition par le fabricant ou d'autres sources.

Phase 2. Cette phase est celle de l'étude des populations de vecteurs dans leur milieu naturel, à petite échelle et dans des conditions parfaitement contrôlées afin de déterminer les doses d'application et d'évaluer l'efficacité et la persistance du pesticide. Le cas échéant, on vérifie l'action des produits sur la faune non visée. La phase 2 est également la première occasion de documenter, en situation réelle, tout effet nocif du produit sur les opérateurs.

Phase 3. L'OMS, l'industrie et une ou plusieurs institutions situées dans des pays d'endémie entreprennent d'évaluer l'efficacité du produit à moyenne ou grande échelle contre un vecteur spécifique de maladie. La phase 3 consiste alors à évaluer l'impact entomologique du produit et la sécurité qu'il offre, en complétant, le cas échéant, ce travail par une évaluation épidémiologique. L'institution fournit la personne qualifiée pour la mise en œuvre tandis que le fabricant fournit l'insecticide et les fonds nécessaires pour l'essai. L'OMS assume la responsabilité technique de l'opération et est impliquée dans le travail sur le terrain à travers des consultants indépendants. Les trois parties participent à la rédaction d'un protocole expérimental préétabli qui a besoin d'être adapté à chaque situation. Le projet de rapport final est préparé par l'institution qui le soumet à l'OMS pour évaluation. Le rapport est ensuite soumis au fabricant pour examen.

Un comité scientifique, le Groupe de travail du WHOPES, assiste le WHOPES dans l'examen des rapports d'évaluation et l'aide à faire le bilan des connaissances

actuelles sur les produits et leurs applications prévues, et fait des recommandations au WHOPES sur leur utilisation en santé publique. Les rapports du Groupe de travail du WHOPES paraissent sous la forme de documents OMS et sont largement diffusés¹.

Phase 4. C'est au cours de cette phase que sont établies les spécifications² relatives au produit technique et aux formules évaluées. Avant 2002, les projets de spécifications proposés par l'industrie étaient examinés par le Tableau consultatif d'experts de la biologie des vecteurs et de la lutte anti vectorielle et par les centres collaborateurs de l'OMS et paraissaient ensuite sous la forme de spécifications provisoires. Celles-ci étaient ensuite examinées tous les cinq ou six ans par le Comité OMS d'experts en biologie des vecteurs et de la lutte anti vectorielle qui pouvait en recommander la publication sous formes de spécifications OMS définitives. Lors de sa réunion de 1999, le Comité OMS d'experts en la biologie des vecteurs et de la lutte anti vectorielle a recommandé l'harmonisation des procédures et processus d'élaboration des spécifications avec ceux de la FAO. Depuis 2002, toutes les spécifications pour les matières actives de qualité technique et la plupart des spécifications pour les produits formulés ont été mises au point par la Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications de pesticides à l'aide de la nouvelle procédure. Comme dans le cas des spécifications de la FAO, une période de transition a permis l'achèvement des spécifications déjà en cours d'élaboration dans le cadre de la vieille procédure.

Dans le cadre de cette nouvelle procédure, les recommandations d'emploi et les spécifications de l'OMS sont limitées à l'ensemble de données et aux produits évalués par le WHOPES. Si un produit ou un prémélange proposé ultérieurement se révèle « équivalent » (voir chapitre 3) et que les formulations répondent à tous les critères des spécifications de l'OMS pour le produit de référence, les recommandations d'emploi de l'OMS sont censées s'appliquer. Les différences potentielles en matière d'innocuité et d'efficacité du fait de propriétés spécifiques à la formulation sont déterminées dans les études à petite échelle sur le terrain décrites ci-dessus.

Spécifications conjointes FAO/OMS

En décembre 1999, le Comité OMS d'experts en la biologie des vecteurs et de la lutte antivectorielle a recommandé que la FAO et l'OMS utilisent les mêmes définitions de nomenclatures, formats et méthodes d'appui pour les spécifications de pesticides. Le Comité a par la suite recommandé que l'OMS et la FAO élaborent des spécifications conjointes pour les matériels techniques (TC) et les prémélanges (TK) des pesticides utilisés à la fois en santé publique et dans les applications agricoles. En mai 2000, le Groupe d'experts de la FAO a recommandé l'adoption de la proposition.

¹ Disponible sur demande au Département de Lutte contre les maladies tropicales négligées, Organisation mondiale de la santé, 1211 Genève 27, Suisse.

² Les spécifications pour les insecticides et pour les appareils de pulvérisation et de poudrage ont d'abord été publiées par l'OMS en 1953 et étaient conçus pour couvrir tous les principaux composés utilisés dans la lutte contre les insectes ayant de l'importance en termes de santé publique.

³ Chimie et spécifications des pesticides, 16^e rapport du Comité OMS d'experts de la biologie des vecteurs et de la lutte antivectorielle. Séries Rapports techniques de l'OMS, n° 899. OMS, Genève, 2001.

En conséquence, afin de faciliter l'harmonisation de l'élaboration des spécifications, l'OMS et la FAO ont signé, en 2001, un protocole d'accord pour mettre en œuvre les recommandations et permettre aux comités d'experts de la FAO et de l'OMS de travailler conjointement. Lorsqu'ils travaillent ensemble, les deux comités sont connus sous le nom de Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications de pesticides (JMPS) et la première réunion plénière de la JMPS s'est tenue à Rome en juin 2002. À l'avenir, il est prévu que les comités d'experts se rencontrent séparément uniquement lorsque se pose un problème de spécification qui ne peut pas être résolu par la JMPS.

En 2001, un projet du Manuel FAO/OMS a été largement diffusé par la FAO et l'OMS, avec un appel à faire des commentaires à l'intention de l'industrie, des gouvernements membres et de toute autre partie intéressée. En février 2002, un petit groupe de rédaction composé de membres des comités d'experts de la FAO et de l'OMS et d'experts techniques de l'industrie s'est réuni à York, Royaume-Uni, pour étudier tous les commentaires reçus et produire une ébauche de projet en vue de son adoption par la JMPS en juin 2002.

La 1^{re} édition du Manuel FAO/OMS a été publiée en 2002. Elle intégrait des lignes directrices pour les formulations de pesticides utilisées en santé publique, dont celles pour les larvicides microbiens, ainsi que de nouvelles directives pour les pesticides agricoles (DC, OD, EG et EP). Une version espagnole de la première édition a été publiée en 2004 et une version chinoise en 2005.

Révisions du Manuel et leurs statuts

Le Manuel continuera à évoluer afin de refléter l'expérience et les progrès scientifiques et technologiques continus dans les pesticides, les formulations, les essais de produits et l'évaluation des données.

En juin 2005, un projet de supplément au Manuel, contenant des améliorations et des précisions procédurales apportées par la JMPS depuis la publication de la première édition du Manuel, a été étudié par la JMPS à Utrecht, Pays-Bas. En novembre 2005, la FAO et l'OMS ont organisé une consultation avec les membres de la JMPS et d'autres experts, à Wädenswil, Suisse, pour examiner les commentaires reçus et produire un supplément révisé. L'édition 2002 du Manuel et le supplément étaient tous les deux des documents longs et complexes et, pour éviter le problème des références croisées entre les deux, ils ont été regroupés pour former une première édition révisée du Manuel. La révision a été acceptée par les membres de la JMPS et, en février 2006, elle a été adoptée par la FAO et l'OMS en vue de la publication sur leurs sites web.

En 2007, il a été proposé que les amendements au Manuel soient publiés comme addenda au rapport de la Réunion ouverte et que le Manuel soit mis à jour tous les cinq ans. Ces amendements doivent être clairement énoncés car ils deviennent une source de référence pour le travail de la JMPS jusqu'à la prochaine révision du Manuel.

Cette approche est basée sur la procédure des Rapports généraux de la JMPR qui servent chaque année d'amendements et d'ajouts aux procédures jusqu'à la prochaine révision du manuel.

Cette révision (2016) a pris en compte les points rapportés par les Réunions ouvertes et à huis clos entre 2009 et 2015 et les points suggérés par les membres

de la JMPS, la CIPAC et l'industrie. La révision est également l'occasion d'éditer le texte et de le mettre à jour.

Les principaux changements et amendements introduits dans l'édition 2016 du Manuel sont soulignés (ombrage gris) et la révision est datée. Jusqu'à ce qu'une nouvelle édition papier du Manuel soit disponible, le Manuel révisé de 2016 sera disponible uniquement sur internet, en anglais. En ce qui concerne la FAO et l'OMS, la révision la plus récente publiée sur internet a le statut de version de travail actuelle du Manuel. Tout texte antérieur qui diffère est supplanté. Pour cette raison, et dans la mesure du possible, les utilisateurs des versions traduites de la première édition du Manuel doivent vérifier la plus récente version publiée sur internet pour s'assurer que le texte qu'ils souhaitent utiliser demeure valable.

1. INTRODUCTION

1. INTRODUCTION

1.1 Portée des spécifications

Le terme « pesticide » est considéré comme englobant les ingrédients actifs sous toutes leurs formes, indépendamment qu'ils aient été ou non, et dans quelle mesure, été formulés pour être appliqués. Le terme est généralement associé à des produits visant à tuer ou combattre les ravageurs (insecticides, fongicides, herbicides, etc.) mais, aux fins du présent document, il englobe également les produits conçus pour modifier le comportement ou la physiologie des ravageurs (par ex. répulsifs pour insectes et synergistes) ou des cultures pendant la production ou l'entreposage (phytoprotecteurs, inhibiteurs de germination).

Les spécifications de la FAO et de l'OMS s'appliquent uniquement aux produits des fabricants dont les produits techniques ont été jugés comme satisfaisants par la Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications de pesticides (JMPS). Les produits analogues d'autres fabricants doivent être évalués par la JMPS pour s'assurer que les spécifications FAO/OMS leur sont applicables.

Les spécifications comprennent l'apparence physique du produit, sa teneur en principe actif et toute impureté pertinente, ses propriétés physiques et chimiques et la stabilité à l'entreposage.

Les spécifications n'englobent pas les caractéristiques chimiques des agents de formulation, sauf là où elles influencent les caractéristiques physiques (qui sont prises pour inclure des caractéristiques comme le pH, l'acidité et l'alcalinité). Les spécifications n'incluent pas les clauses qui définissent les propriétés fondamentales du principe actif et cela inclut l'efficacité du pesticide. Les données sur l'efficacité du pesticide ne sont pas évaluées par la JMPS. Les spécifications de la FAO pour les pesticides agricoles ne sont élaborées qu'après l'homologation par le fabricant dans un ou plusieurs pays et l'efficacité de ces pesticides est généralement déduite de cette preuve. Toutefois, l'efficacité du principe actif et des pesticides de santé publique sera évaluée en laboratoire et dans des essais au champ par le système OMS d'évaluation des pesticides (WHOPES), généralement quand la spécification OMS/FAO pour le produit technique est élaborée. Les spécifications de l'OMS pour les formulations sont publiées, à la suite d'une évaluation satisfaisante de l'innocuité et de l'efficacité. Dans certains cas, par exemple lorsque des spécifications sont nécessaires durant l'évaluation de l'efficacité d'un nouveau produit pour la santé publique, l'OMS peut introduire une spécification provisoire pour une formulation ainsi qu'une spécification provisoire pour une ligne directrice dans le même objectif.

Les spécifications FAO/OMS sont conçues pour l'assurance qualité et la gestion des risques. L'évaluation des dangers et risques associés aux pesticides aux fins de spécifications repose principalement sur l'évaluation des autorités nationales d'homologation et est effectuée par une unité de l'OMS désignée par le WHOPES ou une autre organisation internationale. En l'absence d'évaluation par des organismes comme l'autorité nationale d'homologation, la JMPS/JECFA ou OMS/PISSC, la FAO et l'OMS organisent une évaluation des études originales avant que la JMPS procède à l'élaboration des spécifications. Un aspect important de l'évaluation des dangers et des risques est de déterminer les liens entre (i) le danger et les données des profils d'impuretés/puretés soumises, et (ii) les données des profils d'impuretés/puretés soumises et les limites d'impuretés/puretés

appliquées dans la production manufacturière normale. La FAO et l'OMS reconnaissent que la génération de données répétées sur tous les dangers potentiels/réels par chaque fabricant peut être inutile et non souhaitable sur le plan éthique. L'absence de liens directs en (i), ci-dessus, n'empêche pas l'élaboration ou l'extension d'une spécification mais les auteurs de propositions sont tenus de divulguer les liens, ou l'absence de liens, pour veiller à ce que les recommandations de la JMPS se base sur une évaluation correctement informée des dangers et des risques.

1.2 La JMPS

La JMPS est composée de scientifiques possédant collectivement des connaissances approfondies en matière d'élaboration de spécifications. Leurs opinions et recommandations à la FAO/OMS sont fournies à titre personnel en qualité d'experts, et non en tant que représentants de leurs pays ou organisations. La JMPS est un organe statuaire de la FAO dont les membres sont nommés par le directeur général. Les experts désignés par l'OMS proviennent du Comité OMS d'experts en la biologie des vecteurs et de la lutte anti vectorielle. Des représentants d'autres unités de l'OMS ou de la FAO peuvent être invités comme membres du secrétariat.

La FAO et l'OMS peuvent également inviter des experts universitaires ou gouvernementaux avec des compétences ou connaissances particulières à participer à la JMPS en tant que conseillers spéciaux.

De plus, des experts peuvent être invités pour l'une de ces deux raisons. Premièrement, ils peuvent être invités afin de fournir des explications ou des informations supplémentaires à l'appui des spécifications proposées par leur propre compagnie (il n'y a pas d'accès aux informations ou propositions d'autres compagnies). Deuxièmement, des scientifiques de l'industrie, avec des compétences ou connaissances particulières sur des questions techniques (non liées à des propositions ou spécifications d'une compagnie particulière) peuvent être invités. Les experts de l'industrie ne participent pas, et les autres experts supplémentaires peuvent ne pas participer, à la rédaction des recommandations de la JMPS (voir également 2.3).

La fonction première de la JMPS est de produire des recommandations à la FAO et/ou l'OMS sur l'adoption, l'extension, la modification ou le retrait des spécifications.

1.3 Liaison avec les autres organisations internationales, les conventions internationales et les autorités réglementaires nationales

1.3.1 Commission internationale des méthodes d'analyse des pesticides (CIPAC) et AOAC International (AOAC)

Chaque fois que possible, les méthodes d'essais citées dans les spécifications FAO/OMS doivent avoir été évaluées par des essais inter-laboratoires.

La CIPAC et l'AOAC publient des méthodes d'analyse qui ont été adoptées après des tests en collaboration (qui comprennent la validation par les pairs des méthodes d'analyse des impuretés pertinentes et des tests quantitatifs de l'identité

stéréospécifiques). La CIPAC valide également et publie des méthodes pour la détermination des propriétés physico-chimiques des formulations de pesticides. Les méthodes à utiliser à l'appui des spécifications de la FAO et de l'OMS peuvent être validées par d'autres organisations mais, à quelques exceptions près, les méthodes actuellement utilisées ont été produites par la CIPAC et l'AOAC. Les méthodes pour la détermination du principe actif ou d'une propriété physique, autres que celles validées par la CIPAC ou l'AOAC, sont acceptées par la JMPS au cas par cas. En cas de litige, les méthodes d'arbitrage désignées doivent être utilisées. Le cas échéant, celles produites par la CIPAC et l'AOAC seront normalement considérées comme les méthodes d'arbitrage (à moins qu'elles ne se soient révélées inférieures à une autre méthode).

1.3.2 Réunion conjointe FAO/OMS sur les résidus de pesticides (JMPR)

La principale fonction de la JMPR est de faire des recommandations sur la dose journalière admissible (DJA), la dose de référence aiguë (DRfA) et les limites maximales de résidus (LMR) des pesticides à la FAO, à l'OMS et au Comité du Codex sur les résidus de pesticides en tant que contribution aux activités de l'OMS et de la FAO sur la sécurité sanitaire des aliments.

Dans son rapport de 1999, la JMPR a proposé que son évaluation de la toxicologie et des résidus d'un pesticide soit, dans la mesure du possible, menée en suivant l'élaboration des spécifications FAO/OMS pour ce pesticide. La proposition a été acceptée par le Comité du Codex sur les résidus de pesticides en 2001. La procédure permet à la JMPR de prendre en compte les impuretés, en particulier les impuretés pertinentes, dans ses évaluations. Dans l'idéal, les évaluations de la JMPR et de la JMPS doivent être menées la même année, car cela garantit la comparabilité des données fournies et réduit la répétition de l'effort pour fournir les données. La FAO et l'OMS ont reconnu que cela prendrait plusieurs années pour harmoniser les agendas de la JMPS et de la JMPR à cet effet. Comme la sécurité sanitaire des aliments est la principale préoccupation de la JMPR, il peut ne pas être toujours possible d'aligner les priorités de la JMPR et de la JMPS, en particulier pour les pesticides qui ne sont pas utilisés dans l'agriculture.

Dans son rapport de 2005, la JMPR a demandé des éclaircissements sur les activités de la JMPS dans le domaine de l'évaluation du danger et du risque afin d'éviter le double emploi. La JMPS n'évalue pas les risques¹ et n'évalue pas les dangers du principe actif lui-même. La JMPS évalue les dangers toxiques et non-toxiques: (i) pour établir la pertinence des impuretés; (ii) pour affecter des limites appropriées aux impuretés pertinentes; et (iii) pour déterminer l'équivalence des matières actives de qualité technique produites par différents fabricants, processus, etc. Les types de dangers évalués varient d'un cas à l'autre. Dans tous les cas, les évaluations se réfèrent uniquement aux produits des fabricants nommés dans l'évaluation.

¹ Bien que la concentration d'une impureté pertinente soit reliée à l'exposition et par conséquent aux risques, les risques dépendent également de l'application. Ainsi, dans le but de déterminer la pertinence d'une impureté, la JMPS étudie la concentration de l'impureté dans le contexte de sa contribution au danger général d'un produit (Chapitre 3, Section D).

Le manuel de 2009 de la FAO sur les résidus¹ explique la pertinence des spécifications sur les pesticides pour les évaluations de la JMPR. Un aperçu de la procédure pour les spécifications est fourni au chapitre 8.2, Évaluation de l'innocuité des pesticides. Lorsque les spécifications d'un pesticide ont déjà été établies, les évaluations des résidus par JMPR indiquent quelles spécifications ont déjà été établies et fournissent la référence de la JMPS.

1.3.3 **Convention de Rotterdam sur la procédure de consentement préalable en connaissance de cause (PIC)**

Les spécifications existantes de la FAO ou de l'OMS pour des pesticides qui sont soumis à la Convention de Rotterdam, ou qui pourraient être soumis à la Convention suite à l'étude du Comité provisoire d'étude des produits chimiques (ICRC) ont la priorité pour l'examen, et le retrait le cas échéant, par la JMPS. Ces spécifications peuvent être conservées si en changeant la formulation, ou le contrôle de paramètres comme la concentration des impuretés pertinentes, les risques – pour ceux qui manipulent ou utilisent le pesticide, ou pour l'environnement – sont ainsi réduits de manière acceptable.

1.3.4 **Convention de Stockholm sur les polluants organiques persistants (POP)**

Les spécifications existantes de la FAO ou de l'OMS pour des pesticides qui sont soumis à la Convention de Stockholm ont la priorité pour l'examen et le retrait par la JMPS, si nécessaire.

Si un composé POP apparaît comme une impureté ou une impureté potentielle dans un pesticide, le fait que ce soit un composé POP est indiqué et pris en compte dans l'évaluation.

1.3.5 **Organisation internationale de normalisation (ISO)**

Les noms communs anglais ISO², acceptés par l'ISO, sont adoptés chaque fois que possible.

1.3.6 **Nomenclature internationale des ingrédients cosmétiques (INCI)**

Les noms normalisés des répulsifs pour insectes publiés par l'INCI sont adoptés le cas échéant.

1.3.7 **Organisation de coopération et de développement économiques (OCDE)**

L'OCDE fait référence aux spécifications de la FAO et de l'OMS pour les ingrédients actifs et les formulations dans ses recommandations harmonisées d'homologation.

¹ FAO. 2009. Manuel de la FAO sur la soumission et l'évaluation des données de résidus de pesticides pour l'estimation de limites maximales de résidus dans les denrées alimentaires et les aliments pour animaux. Deuxième édition.

² Norme internationale ISO 1750 et amendements – Produits phytosanitaires et assimilés – Noms communs.

1.3.8 **Organisation des Nations Unies pour le développement industriel (ONUDI)**

L'ONUDI coopère avec la FAO et l'OMS dans l'établissement de spécifications techniques pour les ingrédients actifs et les formulations, et utilise ou recommande l'utilisation de ces spécifications dans ses programmes d'assistance techniques.

1.3.9 **Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques (SGH) des Nations Unies**

Dans l'évaluation des risques des produits chimiques pour la santé humaine et l'environnement, la JMPS applique la classification SGH¹.

1.3.10 **Autorités nationales et régionales d'homologation**

Dans la mesure du possible, et sans préjudice des progrès de l'élaboration de spécifications par d'autres organisations, la FAO, l'OMS et la JMPS recherchent l'harmonisation des principes et des exigences en matière de spécifications avec les autorités d'homologation. Normalement, la JMPS base son évaluation des risques et dangers pour la santé et l'environnement sur les évaluations détaillées faites par les autorités nationales d'homologation. Cette approche efficace en termes de coût et de temps peut être remplacée par une évaluation complète *de novo* de toutes les données si une homologation nationale à jour n'est pas disponible ou si la JMPS, pour d'autres raisons, recommande cette ligne de conduite.

La Communauté européenne (CE) a harmonisé les systèmes d'homologation et de contrôle des pesticides dans les pays membres et les spécifications de la FAO sont une caractéristique importante des directives pour l'autorisation. Les exigences en matière de spécifications des pesticides agricoles dans divers pays en développement sont également en train d'être harmonisées avec celles de la FAO.

1.4 **Participation de l'industrie des pesticides**

1.4.1 **Élaboration des spécifications**

Les données sur lesquelles sont basées les spécifications de la FAO et de l'OMS sont fournies par l'industrie des pesticides. Les fabricants de pesticides sont fortement encouragés à soumettre des projets de spécifications et des données justificatives à la JMPS aux fins d'évaluation. Dans la mesure du possible, et le cas échéant, ces soumissions doivent coïncider avec les soumissions correspondantes à la JMPS (1.3.2, ci-dessus).

1.4.2 **Exigences du WHOPES en matière de données sur l'efficacité**

Les données sur l'efficacité fournies par l'industrie sont évaluées par le WHOPES pour décider d'exigences ultérieures dans les essais en laboratoire et au champ, avant l'élaboration des spécifications de la formulation par la JMPS. Les données sur l'efficacité ne sont pas examinées par la JMPS.

¹ SGH (Rev.6) (2015), ONU New York et Genève, http://www.unece.org/trans/danger/publi/ghs/ghs_rev06/06files_e.html - c38156 (Mars 2016)

1. Introduction, suite

1.4.3 **Changements affectant les spécifications après adoption par la FAO et l'OMS**

Il est de la responsabilité de l'industrie d'informer la FAO et/ou l'OMS de tout changement dans le processus de fabrication qui pourrait affecter la validité des spécifications, et de tout changement dans le nom du fabricant ou l'adresse de contact. Ces changements dans le processus de fabrication doivent être évalués par la JMPS. Ne pas fournir ces informations pourrait entraîner le retrait de la spécification.

1.4.4 **Élaboration des lignes directrices et principes des spécifications**

L'industrie est fortement encouragée à préparer des projets de lignes directrices des spécifications pour les nouveaux types de formulations qui seront examinés par la JMPS. Les amendements suggérés ou les commentaires sur les lignes directrices existantes ou proposées peuvent venir de l'industrie, des experts participant à la JMPS ou de toute autre partie intéressée. Les lignes directrices sont régulièrement examinées par la JMPS. Les lignes directrices et les questions connexes sont généralement examinées lors des réunions ouvertes (voir glossaire des termes, Annexe C) de la JMPS mais sont adoptées lors d'une réunion à huis clos. Dans le cadre du processus continu de l'examen par la FAO et l'OMS des principes des spécifications, les représentants de tous les fabricants de pesticides sont fortement encouragés à participer aux réunions ouvertes de la JMPS. Des groupes de l'industrie (par exemple, CropLife International et l'Association européenne pour la protection des plantes, ECCA) peuvent être invités à fournir des experts techniques comme conseillers lors de sessions spéciales de consultations de la JMPS, afin de faciliter une délibération pleinement informée sur certaines questions. Les experts de l'industrie ne sont pas impliqués dans la préparation des recommandations de la JMPS à la FAO et l'OMS.

1.5 **Objectif et utilisation des spécifications**

1.5.1 **Objectif**

En général, les spécifications peuvent être utilisées:

- (i) dans le cadre d'un contrat de vente, afin que l'acheteur puisse acheter un pesticide avec une certaine garantie de la qualité espérée; et
- (ii) par l'autorité compétente pour contrôler que la qualité de la formulation sur le marché est la même que celle homologuée.

Les spécifications FAO/OMS sont conçues pour améliorer la confiance dans l'achat et l'utilisation de pesticides et contribuent ainsi à la protection de la santé et de l'environnement, ainsi qu'à une production agricole plus durable et à l'amélioration de la santé publique. Les spécifications FAO/OMS peuvent être utilisées par les autorités nationales comme point de référence international mais ne sont pas conçues pour remplacer les exigences nationales ou internationales en matière d'homologation.

1.5.2 **Exigences**

Afin de caractériser un pesticide, il est nécessaire d'être en mesure de déterminer sa composition et ses propriétés chimiques et physiques.

Il est clairement impossible de tester toutes les propriétés chimiques et physique. Les paramètres liés de façon critique à l'identité et à la qualité sont identifiés et des limites à ces paramètres sont sélectionnées pour former la base d'une spécification. Une spécification doit être brève mais elle doit être sans ambiguïté et être appuyée par des méthodes d'essai appropriées pour déterminer si la substance se conforme aux limites établies. La spécification elle-même ne définit pas l'efficacité biologique ni ne donne d'informations sur les dangers mais ce type d'information (par ex. point d'éclair, propriétés explosives) peut accompagner une spécification, même s'il ne fait pas partie de la spécification.

1.5.3 Base de contrat

Une spécification peut être utilisée dans le cadre d'un contrat de vente, pour assurer la livraison de pesticides de bonne qualité.

Les pesticides doivent continuer à être aptes à l'emploi après le stockage dans les conteneurs d'origine non ouverts pendant au moins deux ans, sous réserve que (i) ils n'aient pas été indûment exposés à des conditions extrêmes de température, humidité et/ou lumière; (ii) que les étiquettes (préparées, par exemple, selon les directives d'étiquetage de la FAO¹) n'indiquent par une durée de conservation plus courte, par exemple pour les produits biologiques basés sur des micro-organismes; et (iii) que toutes les instructions particulières du fabricant aient été suivies.

1.5.4 Contrôle officiel des pesticides

Le cas échéant, les spécifications de la FAO et de l'OMS doivent être liées aux exigences de l'homologation afin qu'elles puissent être utilisées dans le contrôle officiel des pesticides, pour garantir autant que possible que la qualité des pesticides fournie est la même que celle homologuée. Les directives fournies par ce Manuel peuvent également servir comme cadre des critères et/ou paramètres pour l'évaluation des pesticides techniques ou formulés pour lesquels les spécifications de la FAO ou de l'OMS soit n'existent pas, soit n'ont pas encore été évaluées par la JMPS comme étant applicables aux produits d'un fabricant particulier.

Au final, les autorités compétentes décident si oui ou non un pesticide précis sera utilisé dans leur pays.

Les recommandations du WHOPES sur l'utilisation des pesticides de santé publique accélèrent l'homologation locale des produits à utiliser pour la lutte contre les vecteurs et les ravageurs importants pour la santé publique et réduisent les exigences en matière d'essais locaux de produits qui ont donné des résultats satisfaisants dans des circonstances similaires. Les rapports des évaluations du WHOPES sur les pesticides de santé publique sont disponibles sur demande à l'adresse indiquée à la Section 1.6.

¹ FAO, Rome (2015). Guidelines on Good Labelling Practice., <http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/code/list-guide-new/en/> (mars 2016)

1.5.5 Rôle des spécifications sur le marché mondial

L'harmonisation des normes pertinentes nationales et/ou internationales grâce à l'utilisation des spécifications de la FAO et de l'OMS devrait faciliter le commerce mondial des pesticides.

Les spécifications de la FAO et de l'OMS sont conçues pour refléter les normes généralement acceptables des produits. Les spécifications offrent un point de référence international par rapport auquel les produits peuvent être jugés, soit à des fins réglementaires, soit dans les relations commerciales, et empêchent donc le négoce de produits de qualité inférieure. Elles définissent les propriétés chimiques et physiques essentielles qui peuvent être liées à l'utilisation sûre et efficace d'un produit.

1.6 Accès aux spécifications de la FAO et de l'OMS

Les utilisateurs des spécifications sont informés que celles-ci sont soumises à un processus continu de mise à jour et qu'il est essentiel que seule la version la plus récente soit utilisée. En cas de doute, une confirmation de la version la plus récente peut être obtenue auprès de la FAO ou de l'OMS.

Des copies des spécifications actuelles de la FAO peuvent être obtenues auprès du Groupe des ventes et de la commercialisation, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie.

e-mail: publications-sales@fao.org

site web: <http://www.fao.org/publications>

Ou en accédant à: <http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/jmps/en/> (toutes d'octobre 2015)

Des copies des spécifications actuelles de l'OMS peuvent être obtenues auprès du Système OMS d'évaluation des pesticides, Lutte contre les maladies tropicales négligées, Organisation mondiale de la santé, 1211 Genève 27, Suisse.

fax: ++41 22 791 4869

e-mail: whopes@oms.int

Ou en accédant à: <http://www.oms.int/whopes/quality/>

2. LE PROCESSUS D'ÉLABORATION DES SPÉCIFICATIONS FAO/OMS

2.1 Catégories de spécifications et leur statut

Avant 1999, trois catégories de spécifications de la FAO (indicatives, provisoires, et complètes) ont été élaborées¹ qui diffèrent du statut CIPAC/AOAC des méthodes d'analyse du principe actif. Suite à la période de transition 1999-2000, seules les spécifications complètes ont été adoptées, en utilisant de nouvelles procédures² similaires à celles présentées dans ce manuel. Depuis 2002, les spécifications complètes sont adoptées selon les procédures indiquées dans ce manuel.

Avant l'introduction de ce manuel, deux catégories de spécifications (provisoires et complètes) étaient développées par l'OMS. Les différences de statut reflètent l'étendue du contrôle des spécifications par les pairs et l'étendue de la validation des méthodes d'analyse et des tests physiques nécessaires pour appuyer les spécifications. Depuis 2002, l'OMS élabore seulement normalement des spécifications complètes en vertu de la nouvelle procédure. Exceptionnellement, s'il faut faire face à un besoin de santé publique urgent et au cas par cas, l'OMS peut élaborer une spécification provisoire limitée dans le temps, si les méthodes sont en cours de validation mais restent incomplètes.

Les spécifications développées par les deux organisations en vertu des anciennes procédures restent en vigueur jusqu'à ce qu'elles soient examinées. Les priorités en termes de revue sont présentées dans la Section 3.5 de ce manuel.

Les spécifications préparées selon les précédentes procédures ont été appliquées à tous les produits qui étaient nominaleme nt similaires. Autrement dit, pour un principe actif défini, la spécification s'applique à tous les produits contenant ce principe actif, stipulant qu'ils sont du type de formulation approprié. Toutefois, avec les « nouvelles » procédures, les spécifications de la FAO et de l'OMS ne s'appliquent pas aux produits théoriquement similaires d'autres fabricants, ni à ceux dont le principe actif est produit selon d'autres voies par le même fabricant. La portée de ces nouvelles spécifications peut être étendue aux produits similaires lorsque la JMPS reconnaît que les autres produits sont équivalents à ceux qui formaient les éléments de base de la spécification de référence (voir glossaire, Annexe C).

Une spécification publiée dans le cadre de la nouvelle procédure remplace et annule normalement toute spécification antérieure pour la substance impliquée. Selon la nouvelle procédure, seuls les fabricants qui ont soumis un ensemble de données et la spécification (qui ont ensuite été évaluées comme acceptables) conformément aux procédures de la JMPS en vigueur, peuvent prétendre que la substance est conforme à la spécification. Les substances provenant d'autres fabricants ne sont plus conformes, même si leurs produits répondent aux exigences de la spécification qui a été remplacée du fait que sans une évaluation détaillée de l'information fournie par les autres fabricants, la FAO et l'OMS ne peuvent pas savoir si la spécification leur est appropriée. Conformément à l'article 6.2.4 du Code de conduite internationale de la FAO pour la distribution et

¹ Manual on the Development and Use of FAO Specifications for Plant Protection Products, 4th Edition, Étude FAO Production végétale et protection des plantes 128, FAO, Rome, 1995.

² Manual on the Development and Use of FAO Specifications for Plant Protection Products, 5th Edition, Étude FAO Production végétale et protection des plantes 149, FAO, Rome, 1999.

2. Le processus d'élaboration des spécifications

l'utilisation des pesticides (2002)¹, l'industrie des pesticides doit s'assurer que les ingrédients actifs et les produits formulés sont conformes aux spécifications appropriées de la FAO et de l'OMS. Par conséquent, les fabricants qui n'ont pas fourni à la JMPS l'ensemble des données et spécifications en vertu de la nouvelle procédure doivent le faire à la première occasion, en vue de l'évaluation de l'équivalence (Section 3.2).

2.2 Soumission des propositions et des données

Les propositions visant à inclure des spécifications pour un principe actif et/ou ses formulations dans le programme de la JMPS doivent être envoyées à la FAO ou à l'OMS, ou les deux, le cas échéant². Les demandes d'inscription dans le programme des travaux futurs de la JMPS doivent notamment fournir une liste des études soutenant les données proposées.

Lorsque deux ou plusieurs fabricants recherchent des spécifications pour le même principe actif durant la même année, ils sont encouragés à former un groupe de travail. Un tel groupe pourra être en mesure d'harmoniser les limites de la spécification proposée, les méthodes de test requises, etc., tout en préservant la confidentialité des données de tous les membres du groupe de travail, avant de soumettre des informations détaillées à la JMPS, simplifiant et accélérant le processus d'élaboration de la spécification. La formation d'un groupe de travail n'est malgré tout pas obligatoire. Si les fabricants refusent ou n'arrivent pas à travailler ensemble, les soumissions peuvent se faire de manière indépendante.

Les soumissions détaillées des spécifications proposées et des données justificatives doivent être soumises à la FAO et/ou à l'OMS, le cas échéant, selon le calendrier indiqué à la Section 2.5.

Pour faciliter la communication, un dialogue et un échange d'informations subséquents peuvent avoir lieu entre l'auteur de la proposition et l'évaluateur désigné, mais toutes ces communications doivent être envoyées en copie à la FAO et/ou à l'OMS ou être enregistrées, si elles sont verbales.

2.3 Réunions et fonctions de la JMPS

La FAO et l'OMS organiseront chaque année des réunions publiques et à huis clos de la JMPS. Les réunions publiques peuvent être suivies par tout le monde et ont pour but de discuter des principes des spécifications, des nouvelles directives, des amendements au manuel, et ainsi de suite. Les réunions à huis clos sont restreintes aux membres de la JMPS et autres invités de la FAO et de l'OMS, car elles impliquent l'examen d'informations commerciales confidentielles. Des détails

¹ Code de conduite international sur la gestion des pesticides, FAO, Rome, 2014 et OMS, Genève, 2014.

<http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/code/en/> (mars 2016)

² La correspondance, stipulant clairement « confidentiel » si elle contient des informations confidentielles, doit être adressée, comme requis, à:

Fonctionnaire principal (Groupe de gestion des pesticides), Division de la production végétale et de la protection des plantes, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie.

WHO Pesticide Evaluation Scheme (WHOPES), Control of Neglected Tropical Diseases, Organisation mondiale pour la santé, 1211 Genève 27, Suisse. Courriel à: whopes@who.int.

sont donnés dans le glossaire. Avant ces réunions, le projet de spécification ou une version révisée d'une spécification, ainsi que les données l'étayant, seront évalués par les experts participant à la JMPS, désignés par la FAO et/ou l'OMS.

L'objectif global des réunions annuelles est de:

- évaluer et confirmer (ou rejeter) les spécifications nouvelles et révisées et résoudre les problèmes ou les évaluations litigieuses;
- mettre à jour et préparer l'ordre du jour de la JMPS pour les 3 années suivantes, en tenant compte des évolutions ou de nouvelles informations qui peuvent nécessiter des changements de priorités;
- conseiller la FAO et l'OMS sur les spécifications, la politique et les procédures pertinentes.

Dans les réunions publiques (voir glossaire), la JMPS examinera les questions d'intérêt général relatives aux spécifications et, ce faisant, sollicitera les vues de toutes les parties intéressées.

Dans les réunions à huis clos (voir glossaire), la JMPS examinera:

- (i) les évaluations et les spécifications proposées, impliquant des informations commerciales confidentielles;
- (ii) les évolutions des exigences techniques et des politiques sur les spécifications;
- (iii) les priorités en termes de revue des spécifications dans les trois années à venir (voir la Section 3.6);

et fera des recommandations appropriées à la FAO et/ou à l'OMS.

Si cela est nécessaire, d'autres experts du milieu universitaire, du gouvernement et/ou de l'industrie peuvent être invités par la FAO et l'OMS à assister à certaines sessions des réunions à huis clos, afin de fournir des informations ou une opinion sur les questions problématiques ou controversées. Tous les experts invités seront tenus de respecter la confidentialité des informations et des discussions, et de signer une déclaration de conflit d'intérêts. La durée de leur participation aux réunions sera limitée afin de veiller à ce que la confidentialité des informations commerciales soit strictement protégée. Les experts du secteur industriel et autres experts ne sont pas autorisés à participer à l'élaboration des recommandations finales par les experts désignés.

2.4 Confidentialité des informations

La FAO et l'OMS conserveront la confidentialité de toutes les informations confidentielles fournies à l'appui des spécifications proposées¹. Par le biais d'une lettre d'accès fournie par l'auteur de la proposition, la FAO et/ou l'OMS chercheront au moins à établir que les données fournies sur la pureté et les impuretés sont similaires à celles fournies à une ou plusieurs autorités d'homologation dans les pays où l'auteur de la proposition indique que le pesticide est homologué. Toute

¹ Les procédures de traitement des données sur les pesticides non publiées et les conflits d'intérêts potentiels dans le développement des spécifications sur les pesticides par la Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications sur les pesticides (JMPS) sont fournies à la page ii.

2. Le processus d'élaboration des spécifications

information supplémentaire sur le principe actif ou la formulation sera recherchée uniquement auprès de l'auteur de la proposition. Une spécification ne sera pas publiée sans un accord préalable entre les auteurs de la proposition, la JMPS et la FAO et l'OMS sur son contenu, mais, quel que soit cet accord sur la spécification, l'évaluation de la JMPS sera publiée sur Internet par la FAO ou l'OMS ou les deux.

Le processus de fabrication et les données analytiques sur le profil des impuretés de la matière active de qualité technique (à l'exclusion de l'identité et des méthodes d'analyse des impuretés pertinentes) sont toujours considérés comme confidentiels. Dans les cas inhabituels où des informations sur les ingrédients et les processus impliqués dans la préparation des formulations sont requises, ces informations seront elles aussi considérées comme confidentielles. Les informations inédites jusque-là qui apparaîtront dans l'évaluation publiée sont considérées comme confidentielles jusqu'à la publication de l'évaluation. La correspondance ou les rapports confidentiels inédits, contenant des informations évaluées par la JMPS, seront traités comme confidentiels mais seront normalement référencés dans l'évaluation pour fournir une piste d'audit des décisions.

2.5 Calendrier et principes pour l'élaboration des spécifications^{1,2}

La procédure et les dates limites sont programmés en référence à la JMPS annuelle de la FAO et de l'OMS.

- (i) En janvier, la FAO et l'OMS publieront des informations³ sur les pesticides qui figureront dans le prochain programme sur 3 ans de la JMPS et annonceront les dates de la future réunion de la JMPS. Les auteurs de propositions peuvent demander l'inscription de spécifications nouvelles ou leur révision, en écrivant à la FAO et/ou à l'OMS, à tout moment (voir également la partie 2.2). Avant chaque réunion, la FAO et l'OMS fourniront à la JMPS un résumé des demandes reçues. La soumission d'une demande ne garantit pas son inclusion dans le programme établi pour 3 ans, mais la JMPS examinera autant de demandes que possible.

¹ La correspondance, stipulant clairement « confidentiel » si elle contient des informations confidentielles, doit être adressée, comme requis, à:

Fonctionnaire principal (Groupe de gestion des pesticides), Division de la production végétale et de la protection des plantes, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie.

Système d'évaluation des pesticides de l'OMS (WHOPES), Lutte contre les maladies tropicales négligées, Organisation mondiale de la santé, 1211 Genève 27.

² La participation aux séances privées de la JMPS se fait seulement sur invitation de la FAO ou de l'OMS, La participation aux séances publiques est ouverte à ceux qui veulent y assister.

³ La sélection sera publiée sur Internet <http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/jmps/en/> (mars 2016) et <http://www.who.int/whopes/quality/> (mars 2016) et dans les publications techniques comme Farm Chemicals, Agrow, Pesticide Outlook, etc.

2. Le processus d'élaboration des spécifications suite

Acteur	Tâche	Date
JMPS	Tri des propositions	Janvier
Auteur de la proposition	Proposition	N'importe quand
JMPS	Publication du programme de travail sur 3 ans	30 juin
Auteur de la proposition	Projet de spécification et information l'étayant	30 sept.
FAO/OMS	Nomination de l'évaluateur et du pair qui fera la revue	14 oct.
Évaluateur	Demande d'informations supplémentaires le cas échéant	31 déc.
Auteur de la proposition	Donne les informations supplémentaires demandées	28 fév.
Évaluateur, auteur de proposition	Discussion sur toute question ouverte	30 avril
Évaluateur	Envoi du projet de spécification, d'évaluation et d'estimation à l'auteur de la proposition, à la FAO/OMS, à celui qui fait la revue	30 avril
Revue par les pairs	Commentaires et propositions à FAO et à l'OMS	15 mai
Auteur de la proposition	Souligne les points de désaccords de l'évaluation à la FAO/OMS, qui transmettra immédiatement à l'évaluateur	3 semaines avant la JMPS
JMPS	Discussion et décision de la proposition; éventuelle requête afin que l'auteur de la proposition fournisse davantage d'informations	1 ^{ère} semaine de juin
Auteur de la proposition	Fournit des informations supplémentaires	Acceptées durant la JMPS
Évaluateur	Complète les tableaux comparatifs (du manuel de formation) afin de déterminer les équivalences	À la JMPS
FAO/OMS	Publication de la spécification	31 déc.

- (ii) Après la publication du programme sur 3 ans, les auteurs de propositions seront tenus de fournir des projets de spécification et les données s'y rapportant décrites dans les Sections 3.1 ou 3.2. Les auteurs de propositions qui ne peuvent pas fournir les données soutenant les spécifications dans le délai imparti aux paragraphes (iii) et (vi) ci-dessous, doivent informer la FAO et/ou l'OMS dès que possible, afin que le programme puisse être adapté en conséquence. Lorsqu'un pesticide est retiré du programme sur 3 ans, un autre pesticide peut être présenté à sa place par la FAO et l'OMS.
- (iii) Les auteurs de propositions doivent soumettre les projets de spécifications et les informations justificatives à la FAO ou à l'OMS, suivant les cas, avant le 30 septembre. Une copie imprimée des informations justificatives et du projet de spécification doit être présentée conjointement à une version électronique, en utilisant les modèles proposés sur les sites Internet de la FAO¹ et de l'OMS². Les directives en matière de spécifications fournies

¹ <http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/jmps/manual/en/> (mars 2016)

² <http://www.who.int/whopes/quality/en/> (mars 2016)

2. Le processus d'élaboration des spécifications

dans ce manuel doivent être utilisées. Si aucune directive appropriée n'existe, les auteurs de propositions doivent se reporter à la Section 1.4.4. L'auteur de la proposition doit confirmer si oui ou non ses données diffèrent de celles soumises à l'OMS, à la JMPR de la FAO et de l'OMS ou aux autorités d'homologation du pays que l'auteur de la proposition utilise comme appui à la spécification de la FAO et de l'OMS; et que toutes les informations pertinentes sont incluses dans la proposition.

- (iv) À leur réception, le projet de spécification(s) et les informations justificatives pour le pesticide seront confiés par la FAO ou l'OMS à un expert faisant partie de la JMPS, pour son évaluation préliminaire.
- (v) Si les données toxicologiques et/ou écotoxicologiques fournies sont identiques à celles soumises à l'OMS, ou à la JMPR de la FAO/OMS et au JECFA, leurs évaluations des dangers et des risques seront normalement intégrées dans l'évaluation de la JMPS. Si les données toxicologiques et/ou écotoxicologiques et sur les impuretés sont identiques à celles soumises aux autorités nationales aux fins d'homologation, l'homologation du principe actif et des formulations sera normalement interprétée par la JMPS comme l'acceptabilité des dangers et des risques. Les autorités d'homologation peuvent être contactées pour confirmation de la similitude des données toxicologiques ou écotoxicologiques et sur l'impureté, en utilisant la lettre de l'auteur de la proposition autorisant l'accès à ses informations exclusives. Lorsque les données soumises à la JMPS diffèrent de celles évaluées par les autres organisations, il sera demandé à l'auteur de la proposition de fournir une explication. Si aucune évaluation nationale, de la JMPR/JECFA ou de l'OMS n'est disponible, une évaluation complète des données toxicologiques et écotoxicologiques sera organisée par la FAO/OMS avant que la JMPS ne procède à l'évaluation.

Un aspect important de l'évaluation des dangers et des risques est de déterminer les liens entre (i) les données sur le danger et le profil de pureté/impureté soumises, et (ii) les données sur le profil pureté/impureté présentées et les limites pour la pureté/impuretés appliquées dans des conditions normales de production. La FAO et l'OMS reconnaissent que la génération de données répétées sur l'ensemble des dangers potentiels/réels par chaque fabricant d'un pesticide peut ne pas être nécessaire et n'est pas souhaitable sur le plan éthique. L'absence de liens directs dans (i) ci-dessus, n'empêche pas le développement ou l'extension d'une spécification, mais les auteurs de propositions sont tenus de divulguer ces relations, ou leur absence, afin de veiller à ce que les recommandations de la JMPS soient basées sur une évaluation dûment informée des dangers et des risques.

- (vi) L'auteur de la proposition doit être notifié de toute demande d'information supplémentaire, le cas échéant, avant le 31 décembre.
- (vii) L'auteur de la proposition doit envoyer des informations additionnelles, comme demandé, à l'évaluateur et à la FAO/OMS avant le 28 février, si la proposition et l'évaluation correspondante doivent être présentées lors de la prochaine réunion de la JMPS. L'évaluateur devra envoyer ses questions, dès qu'elles se présentent, au fabricant afin de résoudre les problèmes avant la réunion si possible. Toutes les communications entre l'évaluateur

et l'auteur de la proposition, relatives à la proposition examinée, seront copiées ou rapportées à la FAO et à l'OMS.

- (viii) L'évaluateur doit examiner les informations fournies et envoyer une évaluation complète à la FAO et l'OMS avant le 30 avril, à faire circuler à l'auteur de la proposition et aux experts participant à la JMPS.
- (ix) L'évaluateur doit envoyer l'évaluation et le projet d'appréciation au pair examinateur désigné avant le 30 avril. Il n'est pas nécessaire de lui fournir les données originales. Les documents examinés doivent être retournés à l'évaluateur et à la FAO ou à l'OMS à la mi-mai.
- (x) Le pair examinateur devra lire le projet de spécification, l'évaluation et son appréciation et fournir des commentaires à l'auteur.

Le pair examinateur doit vérifier:

- si la formulation des spécifications est conforme au libellé du manuel;
- si les valeurs des propriétés physiques des formulations sont raisonnables;
- si les informations adéquates et systématiques figurent dans les tableaux récapitulatifs des données sur les propriétés physiques et chimiques, toxicologiques et écotoxicologiques;
- si toutes les méthodes d'analyse et de test nécessaires sont fournies et si la validation est adéquate;
- si quelque chose manque, par ex., une propriété physique requise, une spécification requise ou les références d'une étude;
- si les recommandations et l'appréciation sont cohérentes avec les données résumées.

Le pair examinateur doit également attirer l'attention de l'auteur sur tout autre point qui n'a pas de sens, par ex., des références de la liste de références qui ne figurent pas dans le texte ou les tableaux.

- (xi) Les auteurs de propositions qui sont en désaccord avec un projet d'évaluation, ou qui souhaitent présenter des données justificatives supplémentaires, devront fournir à la FAO et à l'OMS des informations appropriées au moins 3 semaines avant la réunion au cours de laquelle l'évaluation sera étudiée. LA FAO et l'OMS enverront immédiatement ces informations à l'évaluateur.
- (xii) La procédure d'examen des évaluations lors des réunions de la JMPS se déroulera de la manière suivante:
 - présentation par l'évaluateur et examen par la JMPS;
 - suivie, lorsque le projet d'évaluation est contesté ou qu'une contribution de l'auteur de la proposition est demandée, de la présentation d'un cas par l'auteur et de l'examen par la JMPS;
 - suivie par le retrait de l'auteur de la proposition et l'examen de la recommandation finale par la JMPS.

2. Le processus d'élaboration des spécifications

Les amendements faisant suite à la réunion rendant compte des réponses ultérieures attendues des auteurs des propositions seront acceptés et intégrés au rapport d'évaluation. Selon le nombre et la complexité des changements mineurs, la JMPS peut recommander la circulation post-réunion du projet final d'évaluation et/ou des spécifications, pour s'assurer qu'un accord existe toujours entre les experts. Les changements importants ou les informations inattendues et importantes reçues de l'auteur de la proposition impliqueront un réexamen de la soumission lors d'une future réunion.

Lorsque la JMPS étudie le projet de spécifications ou la ou les spécifications révisées préparées par plusieurs auteurs de propositions pour le même pesticide, les auteurs de propositions peuvent s'adresser à la JMPS individuellement ou ensemble, selon leur préférence.

- (xiii) Si la JMPS ne peut pas parvenir à un consensus, l'auteur de la proposition sera invité à fournir des données pour résoudre la question(s) en suspens dans un délai déterminé. Suite à une recommandation rejetant une spécification proposée, une spécification réélaborée par l'auteur de la proposition peut être examinée à la prochaine réunion, en fonction des priorités (voir Section 3.6) et de la charge de travail de la JMPS.
- (xiv) Les éléments de base des recommandations pour accepter ou rejeter des spécifications seront reportés dans l'évaluation.
- (xv) Le ou les auteurs de propositions seront identifiés dans l'évaluation (voir Section 3.4), qui sera recoupée avec la ou les spécification(s).
- (xvi) Les spécifications ne s'appliquent pas aux ingrédients actifs ou aux formulations d'autres fabricants, ni à ceux produits par des procédés différents, à moins que ceux-ci aient été évalués comme équivalents (voir Section 3.2.E). Si l'auteur de la proposition change par la suite le processus de fabrication de manière significative, une réévaluation par la JMPS sera nécessaire pour assurer la conformité avec la spécification. Les changements dans le processus de fabrication qui seront considérés comme importants peuvent être identifiés conformément au test d'équivalence décrit dans la Section 3.2 de ce manuel. La première spécification peut être modifiée pour tenir compte des autres produits, ou de ceux produits selon un procédé différent, en fonction du résultat de l'évaluation de la JMPS. Le profil de référence des impuretés restera normalement associé à celui de la spécification initialement adoptée.

2.6 Publication des spécifications

Les spécifications et les évaluations correspondantes ne seront publiées que sur Internet. Il est prévu que l'évaluation soit publiée durant l'année civile de la réunion au cours de laquelle la spécification a été étudiée par la JMPS. Les spécifications (datées par mois et année) seront soit publiées en même temps ou, le cas échéant, lors de la validation/adoption des méthodes de test appuyant la requête. Seules les dernières versions des spécifications seront disponibles, mais toutes les évaluations seront mises à disposition. Les spécifications et les évaluations seront normalement publiées en un seul document séparé en deux parties.

Les évaluations fournissent les éléments de preuve et la justification sur lesquels sont fondées les recommandations de la JMPS. Elles ne contiennent pas d'informations confidentielles mais plutôt des décisions basées sur ces informations expliquées avec le plus de détails possibles tout en maintenant la confidentialité.

Le contenu des rapports d'évaluation, ainsi que la nature et le style des publications seront déterminés par la FAO et l'OMS. Les auteurs de propositions et les propriétaires de données seront normalement identifiés dans les évaluations. Les auteurs de propositions ne seront normalement pas identifiés dans les spécifications, mais seront identifiés, indirectement, par des références à l'évaluation. Exceptionnellement et à la discrétion de la FAO ou de l'OMS, un auteur de proposition peut être identifié dans la note d'une spécification, s'il est nécessaire de préciser quelle spécification s'applique (ou ne s'applique pas) à cet auteur de proposition.

Les spécifications élaborées selon les anciennes procédures restent valables jusqu'à ce que, après examen par la JMPS, elles soient retirées par la FAO et/ou l'OMS (et ne sont plus accessibles sur Internet). Les spécifications retirées n'ont pas le statut de spécifications de la FAO ou de l'OMS et leur utilisation à des fins réglementaires est fortement déconseillée.

Les méthodes d'analyse CIPAC adoptées ou reconnues sont généralement d'abord publiées dans le cadre de la méthode de prépublication avant d'être publiée dans les manuels ou les CD-ROM¹ CIPAC, ou le manuel et le Journal de l'AOAC², et les méthodes de tests physiques sont publiées dans les manuels CIPAC. Les méthodes à l'appui des spécifications de l'OMS élaborées dans le cadre de la procédure précédente sont jointes aux spécifications.

2.7 Examen des spécifications

Les spécifications seront examinées à différents intervalles, selon les priorités définies dans la Section 3.6 de ce manuel. La FAO et l'OMS prépareront un programme de revue de l'ensemble des spécifications publiées, qui seront examinées par la JMPS. Les auteurs de propositions, en tant que responsables de leurs produits et comme condition pour conserver une spécification FAO ou OMS, doivent informer la FAO/OMS des changements qui ont eu lieu dans le processus de fabrication et qui ont des implications sur la spécification existante, ainsi que des changements de nom ou d'adresse de l'entreprise.

Les spécifications sont publiées sur la base que les informations sur le processus de fabrication (confidentielles), les profils d'impuretés (confidentiels), les données disponibles sur les dangers fournies à la FAO/OMS, et le nom et l'adresse du fabricant, restent valides. Les auteurs de propositions ont la responsabilité d'informer la FAO et l'OMS des modifications de ces informations. Lorsque la validité de cette information est remise en cause, la JMPS peut prévoir de réviser

¹ De copies mises à jour se trouvent sur le site suivant: <http://www.cipac.org/index.php/methods-publications> (mars 2016).

² Official Methods of Analysis, 18^{ème} édition. Peut être obtenu auprès de AOAC International, Wachovia Bank Lockbox, P.O. Box 7517, Baltimore, Maryland 21275-5198, États-Unis. (tél. +1 301 924 7077, fax +1 301-924-7087, courriel: fulfillment@aoac.org, site Internet: <http://www.aoac.org>).

2. Le processus d'élaboration des spécifications

cette(ces) spécification(s). Le fabricant d'un produit évalué par le WHOPES, sur la base duquel l'évaluation des recommandations d'utilisation de l'OMS et les spécifications ont été développées, doit notifier l'OMS de toute modification du processus de fabrication, des caractéristiques de la formulation et/ou tout agent de formulation qui pourrait nécessiter une réévaluation du produit et/ou la révision de la spécification. Les auteurs de propositions peuvent également demander une révision des spécifications.

Les spécifications en cours d'examen doivent être appuyées par les données indiquées dans les Sections 3.1 ou 3.2 de ce manuel (le cas échéant).

La JMPS devra alors:

- (i) confirmer que la spécification existante est appropriée, ou
- (ii) recommander une spécification amendée, ou
- (iii) recommander que la spécification soit retirée.

Dans les cas où une spécification sert de référence pour des produits équivalents et a besoin d'une révision, un amendement ou une modification d'une clause peut rendre ces produits jusqu'ici équivalents non équivalents. Dans ce cas, la JMPS soumet une version provisoire de la spécification révisée pour consultation auprès des soumissionnaires de données ayant des produits équivalents. Lorsque de nouvelles données pour appuyer la continuité de l'équivalence sont nécessaires, un délai approprié pour la soumission des données est accordé. Les données sont évaluées, soumises à des débats lors de la Réunion suivante si nécessaire et des recommandations appropriées sont faites à la FAO et/ou l'OMS. (Voir Section 2.3, Réunions et fonctions de la JMPS.)

Lorsque les autorités nationales jugent nécessaire d'adapter les spécifications de la FAO et de l'OMS, la FAO et l'OMS doivent être informées par l'auteur de la proposition, ou ladite autorité, des modifications apportées et de la raison des changements. Ces spécifications modifiées ne peuvent pas être considérées comme des spécifications de la FAO/OMS, mais les informations justifiant les changements aideront à la révision des spécifications par la JMPS.

Tout commentaire et autres informations relatives aux spécifications sont appréciés par la FAO et l'OMS. Les propositions de modification des spécifications doivent être étayées par des éléments de preuve pour montrer que le changement est pertinent pour maintenir ou améliorer la qualité/performance, ou réduire les risques de la matière active de qualité technique ou de la formulation.

2.8 Aperçu des informations nécessaires pour les spécifications

Les informations suivantes doivent être transmises.

- (i) Le nom, l'adresse et le point de contact de l'(des) auteur(s) de la spécification.
- (ii) Une version préliminaire de la nouvelle spécification ou une présentation de la spécification à étendre.
- (iii) Les informations décrites dans la Section 3.1, appuyant une nouvelle spécification, ou les informations présentées dans la Section 3.2, soutenant l'extension d'une spécification existante.

- (iv) Si la proposition concerne des spécifications conjointes FAO/OMS, l'auteur de la proposition doit indiquer si oui ou non les produits utilisés pour les deux domaines d'application sont similaires et, à moins que des spécifications différentes pour la formulation soient proposées, si les spécifications des formulations sont à la fois applicables pour des utilisations en santé publique et dans l'agriculture.
- (v) Toute autre information pertinente susceptible d'aider la JMPS à élaborer des recommandations de qualité.

Toutes les clauses du projet de spécification doivent être présentées sous une forme normalisée (voir les Sections 5 à 9 de ce manuel).

2.9 Acceptabilité des méthodes d'essai analytiques et physiques

Les méthodes d'analyse de détermination des ingrédients actifs dans les pesticides techniques et formulés appuyant les spécifications de la FAO et de l'OMS doivent être testées conjointement et approuvées par le CIPAC ou l'AOAC¹.

Les méthodes d'analyse de détermination des impuretés pertinentes ou des stabilisateurs et autres additifs qui figurent dans la spécification, ou les méthodes de détermination des rapports des isomères dans le cadre du test d'identité, doivent au moins être validées par des pairs (laboratoire indépendant) (par ex. par la procédure des méthodes AOAC vérifiées par les homologues). Les données de la validation par les pairs doivent être présentées à l'AOAC ou au CIPAC pour appuyer l'adoption de la méthode. Si les données de validation n'ont pas été passées en revue par le CIPAC ou l'AOAC, la FAO et l'OMS peuvent demander que les données soient présentées pour un examen préliminaire.

Lorsque l'étude conjointe ou la validation de la méthode d'analyse par un pair est toujours en cours à la date de soumission de la proposition, la date d'achèvement prévue doit être fournie. Les spécifications ne seront normalement pas publiées avant la fin de la validation des méthodes et, si la validation est peu susceptible d'être terminée avant la prochaine réunion à huis clos de la JMPS, l'examen de la proposition peut être reporté.

Les méthodes d'essai pour les propriétés physiques peuvent être validées par le CIPAC ou l'ASTM, ou selon les exigences de l'OCDE ou de la CE, ou, le cas échéant, par des organismes pharmaceutiques équivalents. Les références aux méthodes de test physiques dans ce manuel sont préfixées « MT » pour les méthodes CIPAC, « CE » pour les méthodes de la Communauté européenne ou avec l'acronyme complet pour les méthodes de l'OCDE ou de l'ASTM. Ces méthodes peuvent être considérées comme définitives car, dans de nombreux cas, la propriété physique est définie par la méthode de mesure. Lorsque plus d'une méthode existe, une méthode d'arbitrage doit être désignée. Lorsqu'il est précisé qu'une méthode n'a pas été adoptée par le CIPAC, la spécification doit également définir les propriétés physiques par des mesures réalisées selon la plus appropriée des méthodes CIPAC, s'il en existe une. À part si elle est considérée comme ayant

¹ Les méthodes élaborées par des organisations alternatives peuvent être acceptées sur la base du cas par cas.

2. Le processus d'élaboration des spécifications

été remplacée, la méthode CIPAC sera normalement considérée comme la méthode d'arbitrage.

Les conditions de validation des méthodes qui déterminent les propriétés physiques instables¹, qui ne se prêtent pas à la validation par une étude concertée, sont actuellement à l'étude par la CIPAC. Les conditions de validation, tant qu'elles ne sont pas définies par la CIPAC, ou l'équivalent, seront déterminées par la FAO et l'OMS sur la base du cas par cas. Il convient de noter que la CIPAC décide actuellement au cas par cas de la validation des méthodes pour les propriétés instables (par ex., la viscosité des fluides non-newtoniens) ou des méthodes qui ne peuvent être correctement validées comme le pH.

Bien que le niveau d'acceptation des méthodes des systèmes CIPAC ou AOAC ne soit pas complètement critique, la préférence sera donnée aux méthodes d'« action complète » ou « finale » et les méthodes doivent normalement avoir atteint un statut minimal d'« action provisoire » ou de « première action ». La révision d'une spécification existante peut être déclenchée par l'émergence de nouvelles informations sur l'principe actif ou les spécifications, mais également à la suite de la révocation du statut CIPAC/AOAC d'une méthode.

¹ Par exemple, la distribution du principe actif dans les produits à libération lente ou contrôlée est destinée à changer avec le temps, la température et autre. Comme ces conditions sont difficiles ou impossibles à contrôler lors de la distribution d'échantillons pour une étude de validation inter-laboratoire, les résultats peuvent davantage refléter les variations incontrôlées des paramètres de test que les variations inhérentes à la méthode de test.

3. DONNÉES À FOURNIR ET PROCÉDURE D'ÉLABORATION DES SPÉCIFICATIONS DE LA FAO ET DE L'OMS

3.1 Données minimales requises à fournir en appui à la spécification de référence pour un principe actif

Notes générales:

- (i) *Un modèle sous forme électronique pour aider les auteurs de propositions à assembler et soumettre les données nécessaires, est disponible auprès de la FAO ou de l'OMS. Les spécifications proposées pour TC/TK, et tous les types de formulation, doivent être soumises sous la forme présentée dans le manuel.*

Ce formulaire de saisie des données pour les proposant est disponible sur:

OMS: <http://www.who.int/whopes/quality/en/> (octobre 2015)

FAO: <http://www.fao.org/agriculture/crops/thematicstemap/theme/pests/jmps/manual/en/> (octobre 2015)

Une liste de vérification pour les premier proposant et les proposant ultérieurs figure en Annexe A de ce manuel.

- (ii) *En général, les études qui satisfont aux exigences des systèmes d'homologation nationaux modernes répondront aux besoins de l'élaboration des spécifications de la FAO et de l'OMS.*
- (iii) *Dans le cas où le produit technique (TC) n'est pas isolé, les données et les informations des paragraphes A.4 à A.10 et C1 à C5 peuvent provenir du prémélange (TK).*
- (iv) *Les exigences de la Section 3.1 sont applicables dans la plupart des cas. Exceptionnellement, si un proposant croit que l'obligation ne convient pas à la spécification proposée, ou que des informations supplémentaires devraient être examinées par la JMPS, l'auteur de la proposition doit soumettre un dossier argumenté pour appuyer cette opinion. Dans un tel cas, les progrès de la spécification proposée dépendront de l'accord (entre la JMPS et l'auteur de la proposition) sur les données requises pour l'évaluation.*
- (v) *Les données soumises seront conservées dans des fichiers confidentiels par la FAO et/ou l'OMS, pour la détermination future de l'équivalence, comme requis, mais les données restent la propriété de l'auteur de la proposition.*
- (vi) *Sauf pour les études sur les propriétés physiques et chimiques du principe actif, les rapports d'études originaux ne seront normalement pas nécessaires, à moins que l'évaluateur ou la JMPS soient incapables de résoudre un problème particulier sans l'information. Toutefois, les sources de données du rapport d'étude doivent être résumées sous la forme d'un numéro d'étude, l'auteur, l'année, le titre, le numéro de rapport et l'entreprise qui a conduit l'étude, afin de référencer plus facilement le rapport lors des échanges entre l'auteur de la proposition et la FAO et l'OMS. Les rapports d'études originaux sur les propriétés physiques et chimiques du principe actif sont nécessaires, et devraient être fournis dans le dossier de l'évaluateur.*
- (vii) *Si certaines données ne sont pas disponibles, ou si l'auteur de la proposition estime que les spécifications doivent s'éloigner des directives présentées dans le manuel, l'auteur de la proposition doit fournir une explication écrite ou un cas soutenant sa position. Ces explications ou cas doivent être brefs, simples et clairs.*
- (viii) *Pour introduire une nouvelle spécification de formulation lorsque la spécification sur le TC/TK du proposant a déjà été acceptée, ou lorsqu'un formulateur utilise un TC/TK produit par un fabricant dont la spécification a déjà été acceptée, il n'est pas nécessaire de soumettre à nouveau (ou présenter) le dossier complet identifié ci-dessous. Dans ce dernier cas, le formulateur doit déclarer la source du TC/TK et fournir l'engagement (i) que c'est la seule source; et (ii) que si une autre source est ensuite utilisée, la FAO et/ou l'OMS en seront informées immédiatement. Lorsqu'il n'est pas nécessaire de fournir un dossier complet, la spécification proposée doit être présentée avec les justifications nécessaires si certaines directives par rapport aux spécifications n'ont pas été respectées.*

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

(ix) *L'absence de directive sur une spécification acceptée et publiée n'empêche pas la soumission d'une spécification proposée. La FAO et l'OMS souhaitent encourager le développement de nouvelles formulations qui traitent des problèmes de lutte contre les ravageurs. Les directives ne seront pas créées pour des types de formulation uniques et, dans de tels cas, le fabricant devra définir les caractéristiques essentielles et fournir des méthodes de test validées appropriées pour la mesure des bons paramètres.*

A. Données requises pour les matières actives de qualité technique et pures (TC/TK)

A.1 Identité du principe actif

Nom commun ISO en anglais (E-ISO) (et son statut s'il n'a pas encore été reconnu) ou nom INCI (le cas échéant).

Tout autre nom commun ou synonyme.

Nom chimique (UICPA et CA).

N° CAS (pour chaque isomère ou mélange d'isomères, le cas échéant).

N° CIPAC.

Formule(s) structurelle(s) (y compris la stéréochimie des isomères actifs, si appropriée et connue).

Composition isomérique, si nécessaire.

Formule moléculaire.

Masse moléculaire relative.

A.2 Propriétés physiques et chimiques du principe actif (et méthodes et conditions utilisées pour produire ces données).

Lorsque le principe actif est un mélange de diastéréo-isomères, les données physiques et chimiques de chaque diastéréo-isomère doivent être fournies, si elles sont disponibles. Lorsque la fraction biologiquement active est formée à partir du principe actif, des données physiques et chimiques devraient également être fournies pour la fraction active, si elles sont disponibles.

Études et données pour le principe actif pur (équivalent en pureté selon les normes d'analyse de pureté) sont nécessaires pour:

la pression de vapeur;

le point de fusion;

la température de décomposition;

la solubilité dans l'eau;

le coefficient de partage octanol:eau;

les caractéristiques de dissociation, si approprié;

l'hydrolyse, la photolyse et les autres caractéristiques de dégradation.

Des études et des données sur la matière active de qualité technique (MAQT) sont nécessaires pour: le point de fusion (ingrédients actifs qui sont solides au-dessus de 0 °C).

Des études et des données sur la solubilité des solvants organiques à température ambiante sont nécessaires pour le principe actif pur ou la matière active de qualité technique.

A.3 Présentation du processus de fabrication, résumant les conditions et les solvants utilisés (information confidentielle).

- Une liste des solvants, des intermédiaires et des catalyseurs utilisés dans le processus avec des puretés lorsque cela est approprié, est requise.

- Une description complète du processus (sans détail technique) est nécessaire pour permettre à l'évaluateur de contrôler la plausibilité de la pureté du matériel technique fini, de la séparation des composants critiques, l'élimination des solvants, etc.

A.4 Teneur minimale du principe actif

A.5 Limites maximales d'impuretés de fabrication présentes ou supérieures à 1 g/kg, soutenues par les **données des analyses de lots** (minimum 5 lots types) (ensemble de données confidentielles). Les études récentes des 5 lots sont tenues d'être des études BPL.

Si le processus de fabrication a lieu sur plus d'un site, les données d'analyse des 5 lots doivent être fournies à partir d'au moins deux sites représentant des extrêmes types du profil d'impureté. La base des limites de fabrication doit être expliquée (par ex.: niveau maximum trouvé; moyenne majorée de 3 écarts-types des niveaux trouvés dans la pratique, etc.). Les impuretés¹ pertinentes proposées présentes ou supérieures à 1 g/kg doivent être identifiées. Généralement, la fraction non identifiée et/ou non comptable du TC/TK ne doit pas dépasser 20 g/kg (informations confidentielles, sauf pour les limites de spécification publiées pour les impuretés pertinentes).

A.6 Limites maximales d'impuretés de fabrication proposées comme pertinentes à < 1 g/kg.

Les limites maximales pour ces impuretés doivent également être appuyées par les données d'analyse des lots (minimum 5 lots types) et l'auteur de la proposition doit indiquer la base des limites de fabrication (information confidentielle).

A.7 Informations sur les impuretés pertinentes avec des explications sur les effets observés (par ex., les effets toxicologiques ou les effets sur la stabilité du principe actif).

Les limites fixées par la Réunion conjointe sur les résidus de pesticides (JMPR) de la FAO et de l'OMS et/ou les autorités d'homologation doivent être jointes à ces informations, en identifiant l'autorité chargée de fixer la limite.

¹ Les impuretés pertinentes sont définies dans le glossaire, en Annexe C.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Dans certains cas, les impuretés qui pourraient devenir pertinentes à des concentrations plus élevées ont été identifiées dans les produits techniques, mais un contrôle minutieux des conditions de fabrication garde ces impuretés à un niveau qui les rend non pertinentes. Toutefois, cette impureté peut se trouver dans les produits d'autres fabricants à des concentrations plus élevées. Dans ce cas, une note en bas de page est ajoutée dans la spécification sur le TC ou TK et l'auteur de la proposition fournit sur demande à la FAO ou à l'OMS une copie d'une méthode d'analyse appropriée pour la détermination de cette impureté dans les programmes nationaux. La méthode d'analyse doit être correctement validée, mais non validée par les pairs.

Note des paragraphes A.6 et A.7.

(i) *Les impuretés pertinentes doivent être incluses dans la spécification, mais les autres impuretés (y compris les isomères de faible activité) ne doivent pas y figurer.*

A.8 Identité et teneur nominale (g/kg) des composés intentionnellement ajoutés au TC/TK (données confidentielles).

A.9 Synthèses toxicologiques (incluant les conditions et les résultats des tests)

Les études récentes doivent être des études BPL et doivent se conformer aux directives établies.

A.9.1 Profil toxicologique du TC/TK fondé sur la toxicité aiguë orale, cutanée et par inhalation; l'irritation de la peau et des yeux, la sensibilisation de la peau.

A.9.2 Profil toxicologique du TC/TK fondé sur l'administration répétée (de sous-aiguë à chronique) et des études telles que la toxicité reproductive et développementale, la génotoxicité, la cancérogénicité, et la neurotoxicologie développementale et adulte, etc.

A.9.3 Profil écotoxicologique du TC/TK fondé sur la toxicité des organismes aquatiques et terrestres (par ex., poissons, crustacés, algues, oiseaux, abeilles), selon l'utilisation prévue et l'information sur la persistance.

A.10 Autres informations

A.10.1 Classification de l'OMS par dangers quand ils existent

A.10.2 Les références aux évaluations de la JMPR/JECFA en matière de toxicologie et de devenir environnemental doivent être fournies, quand elles existent. Les données toxicologiques fournies à la JMPR pour l'évaluation devraient être recoupées avec les données des analyses de lots de matériaux techniques utilisés dans ces études.

A.10.3 Une lettre d'autorisation (voir Annexe G) accordant l'accès à la FAO et l'OMS et aux autorités d'homologation aux données de l'homologation au nom de la FAO et de l'OMS. Cela doit permettre à la FAO et à l'OMS d'évaluer si oui ou non:

(i) Le produit technique pour lequel une spécification de la FAO/OMS est proposée est équivalent à celui homologué par l'autorité, comme l'évalue une comparaison entre les données soumises à la FAO/OMS et celles soumises pour l'homologation; ou

(ii) la décision que les matériaux techniques provenant de différents fabricants sont équivalents était basée sur des données similaires à celles fournies à la FAO/OMS.

Si les données sont connues pour différer de celles présentées par l'auteur de la proposition pour l'homologation, expliquer la pertinence des données fournies à la FAO/OMS.

À la demande de la FAO/OMS, l'auteur de la proposition peut fournir un engagement écrit stipulant que les données présentées à la FAO/OMS sont identiques à celles présentées pour l'homologation auprès d'une autorité nationale indiquée. Tout écart entre les deux séries de données doit être expliqué en détail.

A.10.4 Les déclarations pour identifier les liens entre les données sur la pureté/impureté et les informations sur les dangers et l'évaluation des risques.

(i) Normalement, les données fournies sont censées provenir du matériel de l'auteur de la proposition. Identifier quelles données sur les dangers, le cas échéant, ne sont pas générées à partir de la matière active de qualité technique et des produits formulés de l'auteur de la proposition indiquer la source des informations et expliquer la pertinence des données.

(ii) Identifier les données toxicologiques/écotoxicologiques générées à partir des lots de matériaux qui ont été spécialement purifiés ou dans lesquels les concentrations d'impuretés dépassaient les limites définies aux paragraphes A.4, A.5 et A.6, ci-dessus. Expliquer la pertinence des données.

(iii) Confirmer que la production actuelle est conforme aux limites définies aux paragraphes A.4, A.5 et A.6, ci-dessus.

B. Données requises pour les formulations (voir également la note générale VIII, ci-dessus)

B.1 Identifier si les formulations sont destinées à la santé publique ou à l'agriculture, ou les deux.

B.2 Dans le cas des pesticides acceptables pour la santé publique, confirmer que la formulation et le processus de fabrication sont les mêmes que ceux utilisés pour les matériaux évalués par le WHOPES pour l'efficacité.

B.3 Énumérer les principaux types de formulation disponibles et identifier ceux pour lesquels des spécifications sont recherchées.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

- B.4 Énumérer les principaux pays où ces formulations sont homologuées et vendues ou, s'ils sont très nombreux, donner le nombre de pays dans chaque région ou continent.
- B.5 Propriétés physiques, telles que spécifiées dans les Sections 5 à 9 de ce manuel. Expliquer brièvement, si nécessaire, pourquoi il est proposé que certaines clauses soient supprimées, que de nouvelles clauses soient insérées, ou que des limites moins strictes soient adoptées par rapport à celles données dans les spécifications indicatives.

C. Méthodes d'analyse et de test du TC/TK et des formulations

- C.1 Au moins deux méthodes pour tester l'identité du principe actif et une pour tester l'identité du contre-ion ou d'un autre dérivé, si cela est approprié.
- C.2 Méthode de détermination de la teneur en principe actif. Si la méthode n'a pas encore été validée par le CIPAC ou l'AOAC, ou n'a pas été validée pour la formulation particulière, indiquer l'année prévue de la fin de la validation.
- C.3 Méthodes d'analyse des impuretés pertinentes, en détail, incluant les données de validation, si non encore publiées. Fournir le principe des méthodes d'analyse utilisées pour les impuretés non pertinentes dans le TC/TK (GC avec FID, par exemple).
- C.4 Méthodes de test de référence pour les propriétés physiques. Si une méthode particulière destinée à tester la conformité avec la spécification n'a pas encore été validée par le CIPAC, ou n'a pas été validée pour la formulation particulière, indiquer l'année prévue de la fin de la validation.
- C.5 Information sur la validation complétée, en cours ou prévue pour les méthodes énumérées dans les Sections C.2 et C.3.

Notes des paragraphes C1 à C5.

- (i) *Les méthodes utilisées pour produire les données présentées comme l'exige les spécifications des paragraphes A.4, A.5, A.6 et B.5 de la Section 3.1 doivent être référencées, si elles diffèrent de celles destinées uniquement à vérifier la conformité avec la spécification.*
- (ii) *Les méthodes requises pour évaluer la conformité avec une spécification doivent être validées indépendamment et doivent être publiées ou rendues publiques. Quand une validation d'un laboratoire indépendant (étude conjointe de la méthode d'analyse du principe actif, ou validation par les pairs d'une méthode pour une impureté pertinente) est en cours à la date de soumission de la proposition, l'année prévue d'achèvement doit être indiquée. À l'exception de certaines spécifications provisoires de l'OMS, les spécifications ne sont normalement pas publiées avant la fin de la validation des méthodes.*

D. Détermination de la pertinence et établissement de limites d'impuretés pour les spécifications

D.1 Principes

Toute impureté capable d'avoir un effet néfaste, supérieur ou au-delà de celui du principe actif, est potentiellement **pertinente** et peut donc nécessiter d'être

contrôlée par la spécification. Les effets indésirables peuvent refléter les dangers toxiques ou non toxiques (voir la définition de l'impureté pertinente dans le glossaire des termes, en Annexe C). Cependant, la pertinence n'est pas seulement déterminée par les risques présentés par une impureté. Une impureté potentiellement pertinente peut être désignée comme non-pertinente si les éléments de preuve existants n'indiquent aucune forte probabilité que ses dangers se manifestent dans la pratique.

La pertinence dépend des risques relatifs du principe actif et de l'impureté et donc une impureté qui peut être présente dans deux ingrédients actifs différents peut être désignée comme pertinente dans l'un et non-pertinente dans l'autre ou peut avoir différentes limites maximales acceptables appliquées.

Dans l'évaluation de la pertinence des impuretés qui ont un effet additif avec le principe actif, la JMPS applique le modèle d'additivité des doses (SCHER, 2011¹). Ce modèle est également utilisé pour les impuretés ayant un effet similaire plus vaguement défini et le même point extrême – indépendamment du mode d'action. Le raisonnement est que 1) les effets synergiques menant à davantage qu'un effet additif sont exceptionnels à des niveaux d'exposition très faibles, et 2) la recommandation de l'IPCS est que même pour les effets d'additivité des réponses, le modèle d'additivité des doses être utilisé comme le pire des cas (Meek *et al.*, 2011²).

Le modèle d'additivité des doses n'est pas utilisé pour la cancérogénicité, la mutagénicité, la tératogénicité ou l'irritation des yeux et de la peau, et la sensibilisation. Pour ces points extrêmes, l'approche par défaut est l'application des critères de classification SGH pour les mélanges.

D.2 Attribution des limites pour les impuretés pertinentes

Les limites adoptées sont le résultat d'une évaluation scientifique au cas par cas. Les conseils des experts de l'OMS ou d'une autre source faisant autorité seront toujours pris en compte pour décider de la limite la plus appropriée pour les impuretés toxiques pertinentes.

¹ SCHER 2011. Toxicity and Assessment of Chemical Mixtures. Scientific Committee on Health and Environmental Risks, SCHER; Scientific Committee on Emerging and Newly Identified Health Risks, SCENIHR; Scientific Committee on Consumer Safety, SCCS (2011). Commission européenne. DG Santé et consommateurs D: Système de santé et produits. Disponible sur: http://ec.europa.eu/health/scientific_committees/environmental_risks/docs/scher_o_150.pdf (mars 2016).

² Meek ME, Boobis AR, Crofton KM, *et al.* (2011) Risk assessment of combined exposure to multiple chemicals: A WHO/IPCS framework. Regulatory toxicology and pharmacology 2011;60(2) Supplement:S1-S14. Disponible sur: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21466831> (mars 2016).

D.2.1 Limites maximales acceptables

En l'absence de données ou d'autres informations permettant une approche plus pointue, la JMPS adoptera normalement les critères de classification du SGH pour les mélanges comme limites maximales acceptables par défaut pour les impuretés pertinentes c'est-à-dire: 10 g/kg pour les produits irritant la peau et les yeux, et 1 g/kg pour les produits chimiques sensibilisants, les substances mutagènes, cancérigènes et produits toxiques pour la reproduction. Le SGH reconnaît que les écarts par rapport aux directives peuvent être nécessaires ou justifiés dans certains cas. Lorsque les données requises sont mises à disposition de la JMPS, une limite maximale acceptable, correspondant à une contribution négligeable aux risques globaux, sera estimée par la JMPS et utilisée de préférence à la limite SGH.

Pour les impuretés présentant un type de risque toxique semblable à celui du principe actif [effets additifs], la limite maximale acceptable adoptée par la JMPS correspond normalement à une concentration qui conduirait à une augmentation calculée de 10 pour cent du risque global présenté par le principe actif. La même valeur seuil de 10% pour cent est également appliquée dans les cas où le profil complet de toxicité de la matière active et de l'impureté est connu, et où les valeurs DJA/DRfA appropriées peuvent être comparées. La valeur seuil de 10 pour cent est arbitraire, mais est considérée comme représentant une augmentation négligeable de danger. Lorsqu'il n'y a pas de valeurs numériques de toxicité comparables de disponibles, la limite de concentration maximale acceptable sera déterminée au cas par cas.

D.2.2 Limites de la spécification pour les impuretés pertinentes

Si une limite inférieure au maximum acceptable pour l'impureté pertinente s'est révélée être pratique pour la fabrication (Section 3.1, paragraphes A.5 ou A.6), la JMPS l'adoptera normalement de préférence.

D.3 Critères pour désigner les impuretés comme pertinentes ou non pertinentes

La décision sur la pertinence d'une impureté est le résultat d'une évaluation scientifique au cas par cas.

Par défaut, une impureté devient pertinente quand sa concentration dans le TC (produit technique) est égale ou supérieure à 10 pour cent de la limite maximale acceptable telle que déterminée ci-dessus. Ainsi, les irritants cutanés et oculaires deviennent pertinents à une concentration de 1 g/kg, les produits chimiques sensibilisants, mutagènes, cancérigènes et toxiques pour la reproduction, à un niveau de 0,1 g/kg. Pour les produits chimiques à toxicité organique (comme défini par ex. par DL₅₀ EGBY, LOAEL, NOAEL, BMD, BMDL, DJA), la pertinence est déterminée selon les 10 pour cent de concentration maximale acceptable comme indiqué à l'Annexe J.

3.2 Données minimales requises pour l'extension d'une spécification existante à un autre fabricant ou à un nouveau procédé de fabrication

Notes générales:

- (i) *La JMPS n'exige pas qu'un fabricant, qui était l'auteur de la proposition sur la spécification de référence, fournisse des données sur l'extension à un site de fabrication supplémentaire à condition que le procédé de fabrication du principe actif n'ait pas changé et que le site supplémentaire soit sous le contrôle du fabricant.*
- (ii) *Un modèle sous format électronique, pour aider les auteurs de propositions à rassembler et soumettre les données nécessaires, est disponible auprès de la FAO ou de l'OMS et sera envoyé par e-mail sur demande.*
- (iii) *Les données soumises pour la détermination de l'équivalence sont censées correspondre à la même forme (TC ou TK) de la matière active de qualité technique sur laquelle se fonde la spécification de référence.*
- (iv) *Les exigences de la présente Section 3.2 seront applicables dans la plupart des cas. Exceptionnellement, si un proposant croit que certaines exigences ne conviennent pas à l'extension proposée de la spécification, ou que des informations supplémentaires devraient être examinées par la JMPS, l'auteur de la proposition doit fournir un cas argumenté pour soutenir cette opinion. Dans ce cas, l'examen de la proposition d'extension de la spécification dépendra de l'accord (entre la JMPS et l'auteur de la proposition) sur les données requises pour l'évaluation.*
- (v) *Les données soumises seront conservées dans des dossiers confidentiels de la FAO et/ou l'OMS, pour la détermination future de l'équivalence, si nécessaire, mais les données demeurent la propriété de l'auteur.*
- (vi) *Les rapports d'étude originaux ne seront normalement pas nécessaires, à moins que l'évaluateur ou la JMPS soient incapables de résoudre un problème particulier sans cette information. Toutefois, les sources des données du rapport d'étude doivent être résumées sous la forme auteur, titre et date, afin de faciliter les références entre l'auteur de la proposition et la FAO/OMS.*
- (vii) *Si certaines données ne sont pas disponibles, ou si l'auteur de la proposition estime que les spécifications doivent s'écarter des directives présentées dans le manuel, l'auteur de la proposition doit fournir une explication écrite ou un cas justificatif. Ces explications ou cas doivent être brefs, simples et clairs.*
- (viii) *Pour introduire une nouvelle spécification de formulation lorsque la spécification du proposant pour le TC/TK a déjà été acceptée, ou lorsqu'un formulateur utilise un TC/TK produit par un fabricant dont la spécification a déjà été acceptée, il n'est pas nécessaire de soumettre à nouveau (ou présenter) le dossier complet identifié ci-dessous. Dans ce dernier cas, le formulateur doit déclarer la source du TC/TK et fournir l'engagement (i) qu'elle est la seule source; et (ii) que si une autre source est ensuite utilisée, la FAO et/ou l'OMS en seront informées immédiatement. Lorsqu'un dossier complet est donc considéré comme inutile, la spécification proposée doit être présentée, avec une justification nécessaire des écarts par rapport à la directive sur les spécifications.*
- (ix) *L'absence de directives pour une spécification acceptée et publiée ne fait pas obstacle à la présentation de la spécification proposée. La FAO et l'OMS souhaitent encourager le développement de nouvelles formulations qui traitent des problèmes de lutte contre les ravageurs. Des directives n'existent pas pour des types de formulation uniques et, dans de tels cas, le fabricant doit définir les caractéristiques essentielles et fournir des méthodes de test appropriées validées pour mesurer les bons paramètres.*

Notes spécifiques sur les propriétés physiques et chimiques lorsque les données sont présentées pour la détermination de l'équivalence. (Voir aussi 3.1 A2)

- (i) *Des études et des données sur les propriétés physiques et chimiques d'un principe actif pur sont nécessaires uniquement lorsque sa composition est censée être différente de la*

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

composition du matériau de référence pur (par ex. rapport différent ou variable d'isomères).

- (ii) La composition du principe actif pur est acceptée comme étant la même à la fois dans le matériel de référence et dans matériel proposé quand il s'agit d'un composé non-chiral unique, d'un énantiomère unique ou d'un composé chiral comme un racémate d'une paire d'énantiomères. Si le principe actif pur est un mélange, à l'exception d'un racémate d'une paire énantiomère, la composition du principe actif pur est présumée être différente dans le matériel de référence et le matériel proposé sans élément de preuve que les compositions sont les mêmes.*
- (iii) Les données sur les propriétés physiques et chimiques disponibles pour le matériel de référence sur les isomères individuels purs d'un mélange isomère sont acceptées comme s'appliquant aux isomères individuels purs du matériel proposé.*
- (iv) En outre, des études et données sont requises lorsque la valeur mesurée d'une propriété ne s'accorde pas suffisamment à la valeur enregistrée dans l'évaluation appuyant la spécification de référence.*
- (v) Les études et les données sur la solubilité des solvants organiques à température ambiante sont nécessaires pour le principe le principe actif pur ou la matière active de qualité technique. Cependant, si les données de solubilité des solvants pour le principe actif pur figurent déjà dans l'évaluation appuyant la spécification de référence, les données sur la solubilité du solvant ne sont pas nécessaires pour le principe actif pur (ou technique) du matériel proposé, sous réserve qu'ils aient la même composition que le matériel pur de référence.*

E. Données requises pour la détermination de l'équivalence

E.1 Les données Tier-1 requises pour les matières actives de qualité technique sont notamment les informations spécifiées à la Section 3.1, paragraphes A.1, A2 (voir note également (i) à (v) ci-dessus), A.3 à A.8, A.10.3, A.10.4 (iii), B1 à B5 et données du test de mutagénicité (bactéries *in vitro*).

Les données Tier-2 requises pour les matières actives de qualité technique sont notamment les informations spécifiées à la Section 3.1, paragraphes A.9.1, A.10.4(i) et A.10.4(ii).

E.2 Résumés toxicologiques additionnels

Les informations additionnelles suivantes peuvent être exigées dans les cas où l'équivalence ne peut pas être déterminée à partir des données requises dans le paragraphe D.1.

E.2.1 Profil toxicologique correspondant à celui de la Section 3.1, paragraphe A.9.2.

E.2.2 Profil écotoxicologique correspondant à celui de la Section 3.1, paragraphe A.9.3.

F. Détermination de l'équivalence

L'équivalence est déterminée selon une approche à deux niveaux.

TIER 1 (F.1 – F.4)

F.1 Les matières actives de qualité technique provenant de différents fabricants ou les processus de fabrication sont jugés équivalents si:

- F.1.1 Les matériaux répondent aux exigences des spécifications existantes de la FAO et de l'OMS; et
- F.1.2 Les évaluations du processus de fabrication ont utilisé le profil d'impureté et les résultats du test de mutagénicité (bactéries, *in vitro*) effectués avec comme résultat que les profils répondent aux exigences de la Section F.3 ci-dessous.
- F.2 Quand un producteur modifie le processus de fabrication d'une matière active de qualité technique, qui a été précédemment évaluée et intégrée dans une spécification, l'équivalence peut être déterminée sur la base des paragraphes F.1.1 et F.1.2, ci-dessus.
- F.3 Équivalence des profils d'impureté des matières actives de qualité technique, déterminée par la comparaison des limites des spécifications de la fabrication¹.
- F.3.1 Quand (i) le niveau maximal (limite de fabrication) d'une impureté non-pertinente s'accroît de plus de 50 pour cent (par rapport au niveau maximal dans le profil de référence), ou que le niveau absolu maximal (limite de fabrication) n'a pas augmenté de plus de 3 g/kg (qui représente la plus grande augmentation); (ii) il n'y a pas de nouvelles impuretés pertinentes; et (iii) le niveau maximal des impuretés pertinentes ne s'est pas accru; les matières actives techniques seront normalement considérées comme équivalentes.
- F.3.2 Quand ces limites de différences dans la concentration maximale d'impuretés non-pertinentes sont dépassées, l'auteur de la proposition sera invité à fournir un dossier argumenté, avec les données justificatives requises, et les raisons pour lesquelles les impuretés particulières restent « non pertinentes ». La JMPS évaluera le cas pour décider si oui ou non le principe actif technique est considéré comme équivalent.
- F.3.3 Quand de nouvelles impuretés sont présentes à ≥ 1 g/kg, l'auteur de la proposition sera invité à fournir un dossier argumenté, avec données justificatives à l'appui si elles sont disponibles, sur les raisons pour lesquelles ces impuretés sont « non-pertinentes ». La JMPS évaluera le cas pour décider si oui ou non le principe actif technique est équivalent.
- F.3.4 Le profil de mutagénicité (bactéries, *in vitro*) est considéré équivalent à celui du matériel de référence si l'évaluation compare un point extrême à l'autre et que le résultat n'est pas pire pour le produit en cours d'examen.
- F.3.5 L'information sur l'évaluation du matériel proposé par une autorité compétente d'enregistrement est prise en compte dans Tier-1.

¹ Note: même si la procédure peut être suivie par toute personne ayant un accès légitime aux données requises, pour les spécifications de la FAO et de l'OMS, l'équivalence doit être déterminée par la JMPS.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

F.3.6 Lorsque des impuretés pertinentes augmentent en concentration maximale et/ou lorsque de nouvelles impuretés pertinentes sont présentes, les informations toxicologiques, écotoxicologiques appropriées ou autres sur la matière active de qualité technique ou les impuretés en question doivent être soumises, si elles sont disponibles, pour l'évaluation dans Tier-2.

F.4 Lorsque les informations en Tier-1 sont insuffisantes pour statuer sur l'équivalence ou est insuffisante pour décider de la non-équivalence, une nouvelle évaluation doit avoir lieu à partir des informations et des données disponibles dans Tier-2.

Les matières actives de qualité technique des différents fabricants ou les processus de fabrication sont jugés équivalents si la non-équivalence de Tier-1 est incertaine et les évaluations de Tier-2 des profils toxicologiques/écotoxicologiques ont été réalisées avec pour résultat que les profils répondent aux exigences des Sections F.5 et F.6, ci-dessous.

TIER 2 (F.5 – F.6)

F.5 Équivalence des profils toxicologiques d'une matière active de qualité technique

F.5.1 Le profil toxicologique sera considéré comme équivalent à celui du profil de référence, lorsque les données spécifiées au paragraphe E.1 ci-dessus (en référence aux conditions requises de la Section 3.1, paragraphe A.9.1) ne diffèrent pas de plus d'un facteur de deux par rapport au profil de référence (ou à un facteur supérieur à celui des augmentations de doses appropriées, si plus de deux). Il ne doit y avoir aucun changement dans l'évaluation de ces études qui produisent des résultats catégoriques (par ex. catégorie 1, 2, ou 3 irritant pour la peau, non irritant pour la peau).

F.5.2 Lorsque c'est nécessaire (voir E.2), des données toxicologiques supplémentaires (voir E.2.1) seront évaluées par le critère appliqué au paragraphe F.5.1, sous réserve que, le cas échéant, les organes touchés soient les mêmes. La dose repère ne doit pas différer de plus d'un facteur de deux, ou les niveaux « sans effet observable » (NOEL) ou « sans effet nocif observé » (NOAEL) ne doivent pas différer de plus des différences des niveaux de dose utilisés.

F.6 Équivalence des profils écotoxicologiques pour le principe actif technique (si approprié pour l'utilisation prévue du principe actif).

Lorsque c'est nécessaire (voir la Section E.2, ci-dessus), le profil écotoxicologique (Section E.2.2, ci-dessus) sera considéré équivalent à celui du profil de référence si les données ne diffèrent pas de plus d'un facteur de 5 par rapport au profil de référence (ou d'un facteur supérieur à celui des augmentations de doses appropriées, si supérieur à 5), quand il est déterminé en utilisant la même espèce.

Note des paragraphes F.3.1, F.5.1, F.5.2 et F.6.

Les profils de référence sont définis par les informations fournies pour la spécification de référence, selon les conditions stipulées aux paragraphes A.4, A.5, A.6, A.8 et A.9 de la Section 3.1.

- F.7 Aux fins des spécifications de la FAO et de l'OMS, les formulations sont généralement considérées comme équivalentes si (i) le TC/TK a été jugé équivalent, et si (ii) les formulations se conforment à la même spécification¹. Dans certains cas particuliers, par exemple pour les formulations à libération lente telles que CS ou LN, d'autres éléments de preuve devront être fournis pour déterminer l'équivalence des formulations et elles sont susceptibles de ne pas être équivalentes si une seule technologie, des limites des spécifications ou des méthodes de test sont utilisées.
- F.8 Lorsqu'un principe actif technique est proposé pour être ajouté à une spécification existante et qu'il ne répond pas strictement aux tests d'équivalence établis dans la partie 3.2, mais qu'il est par ailleurs considéré par la JMPS de qualité acceptable ou améliorée, une modification de la spécification existante pourra être étudiée. Cette procédure peut suivre l'évaluation des données requises en vertu des Sections E.1 et/ou E.2, ci-dessus.

3.3 Extension des spécifications à la libération lente

Contrairement à la plupart des autres types de formulation, les formulations à **libération lente** apparemment semblables aux produits LN peuvent être basées sur des technologies différentes, faisant qu'une spécification développée pour le produit d'un fabricant peut ne pas constituer un moyen fiable pour tester l'acceptabilité d'un autre produit du fabricant. Pour cette raison, des informations additionnelles sont requises pour étendre les spécifications existantes des produits à libération lente à des produits supplémentaires (à savoir pour déterminer leur équivalence) ou, le cas échéant, élaborer des spécifications séparées.

3.3.1 Conditions minimales requises pour évaluer l'équivalence des formulations à libération lente

- (i) Le fabricant doit certifier à la FAO ou à l'OMS que le principe actif incorporé dans la formulation est conforme à la spécification existante de la FAO ou de l'OMS pour le TC. Lorsque la spécification existante a été élaborée dans le cadre de la nouvelle procédure, cela signifie que le principe actif doit être fabriqué par une entreprise dont le produit technique a été évalué par la JMPS et a par conséquent été recommandée pour être inclus dans la spécification de la FAO ou de l'OMS pour le TC.
- (ii) Les tests de laboratoire pour déterminer la régénération et la résistance du LN au lavage, ainsi que son efficacité, selon les directives de l'OMS pour

¹ Des produits équivalents ne conviennent pas nécessairement aux mêmes utilisations, ou n'offrent pas la même efficacité, etc. Équivalence signifie seulement qu'ils se conforment aux mêmes critères de qualité de base.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

les tests en laboratoire et sur le terrain des moustiquaires à imprégnation durable (document WHO/CDS/WHOPES/GCDPP/2005.11)¹.

- (iii) Le fabricant doit indiquer si le principe actif est incorporé dans le polymère du filament dans le processus de filage, ou s'il est incorporé dans un polymère appliqué sur l'extérieur des filaments; ou est appliqué/incorporé d'une autre manière, par exemple, dans une formulation. Si, exceptionnellement, des informations détaillées sur la fabrication de la moustiquaire traitée sont nécessaires, elles seront utilisées de manière confidentielle par l'OMS.
- (iv) Le fabricant doit fournir des données pour démontrer l'applicabilité des clauses et des tests existants sur l'indice de résistance au lavage du principe actif et la stabilité au stockage. Les données qui devront être présentées sont:
 - (a) la stabilité de la teneur du principe actif à des niveaux de test de température et de temps de stockage qui englobent les valeurs indiquées dans la spécification existante; et
 - (b) la stabilité de l'indice de résistance au lavage à des niveaux de test de température et de temps de stockage qui englobent les valeurs indiquées dans la spécification existante.

3.4 Rapports d'évaluation

Les rapports d'évaluation ont la structure générale suivante. Ils ne contiennent pas d'informations confidentielles sur le processus de fabrication ou le profil d'impureté, autre que le minimum nécessaire pour identifier les impuretés pertinentes et leurs limites. Dans des cas particuliers, il peut être nécessaire d'expliquer pourquoi une impureté spécifique est considérée comme non pertinente.

TITRE (Nom du composé ISO)

Code/année d'évaluation CIPAC de la JMPS

3.4.1 Recommandations

Fournit des recommandations concernant le retrait/la rétention des spécifications de la FAO et de l'OMS existantes, si nécessaire.

Fournit des recommandations concernant l'adoption par la FAO et l'OMS de nouvelles spécifications proposées ou de modifications/extensions des spécifications existantes. Les recommandations peuvent être conditionnelles dans certains cas: sous réserve d'une validation satisfaisante des méthodes de test analytiques ou physiques par le fabricant, par exemple.

Peut identifier les informations additionnelles requises par le fabricant (ou autre source), pour permettre à la JMPS de compléter l'évaluation.

¹ <http://www.who.int/whopes/guidelines/en/> (mars 2016)

Peut fournir des recommandations à la FAO et à l'OMS sur les principes généraux de l'élaboration de spécifications sur les pesticides, lorsque ceux-ci émergent de l'évaluation.

3.4.2 **Appréciation**

Identifie le principe actif et le statut de son brevet, les spécifications existantes et celles qui ont été proposées, les fabricants/proposants et l'année où l'ensemble de données a été soumis. Fournit un bref historique et explique si l'évaluation répond à des questions non résolues ou qui restent ouvertes.

Fournit une évaluation de toutes les informations appuyant les recommandations. En général, elle ne fournit pas des évaluations des données identiques ou connexes réalisées par d'autres organisations, sauf si elles ont une incidence sur les recommandations de la JMPS. Cependant, les évaluations faites par l'OMS ou l'institution désignée par le WHOPES intervenant au nom de la JMPS, sont toujours résumées et les arguments essentiels pleinement expliqués.

Fournit le résultat et la justification des décisions de la JMPS sur la pertinence des impuretés et l'équivalence des produits techniques et formulés. Indique également si les données de profil des impuretés correspondent à celles présentées lors de l'homologation dans un pays spécifique.

Aucune donnée confidentielle n'est fournie en dehors de celles qui figurent dans les spécifications qui seront publiées.

Identifie les lacunes ou les problèmes des données soumises. Explique pourquoi une spécification proposée ou un profil des données peut être considéré comme inacceptable.

3.4.3 **Information justificatives**

Les utilisations. Les principales utilisations du principe actif (ou de la formulation, dans des cas particuliers) sont résumées brièvement. Cette information n'est pas prise en compte lors de l'évaluation.

Identité du principe actif. Fournit le nom commun de l'ISO (ou autre); synonymes; les noms chimiques UIPAC et CA; le numéro de registre CAS; le numéro CIPAC; la formule développée; la formule empirique; la masse moléculaire; les tests d'identification. Lorsque le principe actif défini par la spécification n'a pas de nom commun, ou lorsque la définition diffère de celle correspondant au nom commun, ou lorsqu'il existe une autre ambiguïté potentielle, cela est expliqué en détail dans l'évaluation.

Les propriétés physiques et chimiques du principe actif pur. Fournit habituellement les données sur la pression de vapeur; le point de fusion; la température de décomposition; la solubilité dans l'eau; le log P K_{ow} ; l'hydrolyse; la photolyse; le pKa; et toute autre caractéristique pertinente pour les spécifications proposées. Ces données sont évaluées et, lorsque les propriétés ont une incidence sur les décisions prises par la JMPS, une explication est fournie dans l'appréciation.

La composition chimique et les propriétés de la matière active de qualité technique. Fournit habituellement des données sur les bilans massiques

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

observés dans les analyses de pureté/impuretés sur 5 lots; la teneur minimale de matière active (incluant la tolérance pour TK); les niveaux maximaux d'impuretés pertinentes; les identités et les limites de la teneur en stabilisants ou d'autres additifs essentiels; le point de fusion, le point d'ébullition et/ou la température de décomposition. Ces données sont évaluées et, lorsqu'elles ont une incidence sur les décisions prises par la JMPS, une explication est fournie dans l'appréciation.

Informations contextuelles sur la toxicologie et l'écotoxicologie. Fournit un bref résumé des évaluations toxicologiques menées par d'autres organisations. Cette information n'est pas évaluée par l'appréciation, sauf, à titre exceptionnel, si elle a une influence sur les décisions de la JMPS. Comprend la déclaration du fabricant sur la relation entre les données fournies sur la composition chimique de la matière active de qualité technique (paragraphe précédent) et les matériaux utilisés pour produire les données sur la toxicité et l'écotoxicité (résumé des dangers par l'auteur de la proposition, 3.4.4).

Formulations. Les principaux types de formulation disponibles sont identifiés et une liste des pays où les formulations sont homologuées et vendues est fournie.

Méthodes d'analyse et de test. Les méthodes utilisées pour produire des données sur les propriétés physico-chimiques sont résumées brièvement. Les méthodes de détermination de l'identité du principe actif (au moins 2 techniques indépendantes), de la teneur en ingrédient actif, de la teneur en impuretés pertinentes et les méthodes de test physiques sont résumées. Des procédés d'identification du contre-ion, etc., sont indiqués dans les cas où le principe actif est présent sous la forme d'un sel ou d'un autre dérivé spécifique. Le statut de la validation des méthodes appuyant la spécification est établi, les méthodes non complètement validées sont identifiées, et l'information est fournie dans l'appréciation.

Contenants et emballages. Une brève indication des exigences spéciales en matière de contenants et d'emballages est fournie, si nécessaire, mais l'information n'est pas évaluée.

Expression du principe actif. Lorsque le principe actif est présent sous la forme d'un sel, ester ou autre dérivé, la fraction déterminée par la méthode d'analyse est indiquée, avec le mode d'expression des résultats.

3.4.4 Résumé des dangers fourni par l'auteur de la proposition

Fournit un résumé de l'information sur la toxicité aiguë et sous-aiguë à chronique (y compris la cancérogénicité et la tératogénicité); la génotoxicité, et l'écotoxicologie, dérivée de la matière active de qualité technique fabriquée par l'auteur de la proposition. Fournit des informations sur la toxicité des impuretés pertinentes, si elles sont disponibles. Lorsque les données de cette section ont été évaluées par l'OMS ou une institution désignée par le WHOPES, par exemple pour contribuer à déterminer l'équivalence, l'évaluation est résumée dans l'appréciation, autrement l'information n'est ni évaluée ni résumée dans l'appréciation.

3.4.5 Références

Les documents, publiés ou non, contenant des données ou d'autres informations présentées ou mentionnées dans le rapport, sont référencés. Une section références à la fin de l'évaluation des données confidentielles doit lister les études et les documents pertinents. Une seconde section références citant les études et les documents pertinents doit figurer à la fin de l'évaluation des données non confidentielles. Les documents non publiés sont référencés par numéro d'étude (ou document), auteur, année et titre, et le numéro du document attribué par le promoteur. Les courriels sont référencés par auteur, date, organisation expéditrice et destinataire de la FAO/OMS.

La FAO et l'OMS, avant la publication et au cours du processus éditorial final, supprimeront les informations détaillées sur la source des études toxicologiques (nom de l'auteur par ex.) afin de protéger les auteurs et les laboratoires des extrémistes.

L'exemple suivant présente un type de format de références.

Références (classé par numéro d'étude)

Numéro de l'étude	Auteur(s)	Année	Titre de l'étude. Numéro d'identification de l'étude. Numéro d'identification du rapport. BPL [si BLP]. Société ayant conduit l'étude. Titre et référence du journal pour les documents publiés.
	Cambon J-P et Bastide J.	1996	Hydrolysis kinetics of thifensulfuron-methyl in aqueous buffer solutions. <i>J. Agric. Food Chem.</i> 44:333-337.
	FAO/OMS	2015	Manual on development and use of FAO and WHO specifications for pesticides. Month 2015 3rd Revision of First Edition. FAO Plant Production and Protection Paper. Révisé. www.fao.org/ag/AGP/AGPP/Pesticid/Default.htm et http://whqlibdoc.who.int/publications/2006/9251048576_eng_update2.pdf
	Martijn A et Dobrat W	2000	CIPAC Handbook Volume J. Analysis of Technical and Formulated Pesticides.
XX-nnn	Auteur AB et auteur CD	2007	Determination of melting point of pure and technical grade xoo6. Study XX-nnn. Report XX-nnn.03. GLP. XYZ Contract Laboratories, XXland. Non publié.

3.5 Procédures de prise de décision et d'action pour traiter les soumissions des proposants initiaux et ultérieurs

Scénario 3.5.1

Aucune spécification de la FAO ni de l'OMS n'existe pour le pesticide.

- Un proposant ou groupe de proposants soumet un projet de spécification, étayé par des informations conformes aux conditions requises dans la Section 3.1.
- La JMPS évalue les profils d'impureté, toxicologique et écotoxicologique, et décide quelles impuretés sont pertinentes et doivent être spécifiées.
- La FAO et l'OMS valident le texte d'évaluation et la spécification et l'auteur de la proposition les contrôle pour s'assurer qu'ils sont exacts.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

- (d) La FAO et l'OMS publient l'évaluation et la spécification, incluant le nom(s) du(des) proposant(s) des spécifications pour la(les) matière(s) active(s) de qualité technique ou la formulation(s) recommandée(s) pour adoption dans l'évaluation.

Scénario 3.5.2

Incorporation de la matière active de qualité technique ou de la formulation d'un fabricant ultérieur dans une évaluation existante et la liste des évaluations.

- (a) L'auteur de la proposition ultérieur fournit des informations conformes aux conditions requises de l'article 3.2 (processus de fabrication, profil d'impureté, toxicité à court terme et, lorsque l'équivalence ne peut être déterminée par ces informations, toute autre donnée supplémentaire sur la toxicité, requise par la JMPS).
- (b) La JMPS compare les nouveaux profils d'impureté, toxicologique et écotoxicologique avec ceux d'origine, et recommande que la FAO et l'OMS prennent des mesures, comme indiqué ci-dessous.

Cas (i) Les données fournies sont insuffisantes ou la qualité du matériel est inacceptable.

Action: Rejet de la nouvelle soumission.

Cas (ii) La soumission et la qualité de la substance sont acceptables et la spécification n'a pas besoin d'être changée.

Action: Ajouter le(s) nom(s) du(des) nouveau(x) proposant(s) à l'évaluation et à la liste des évaluations qui sera publiée par la FAO et l'OMS

Cas (iii) La qualité de la substance est acceptable mais la spécification doit être modifiée pour tenir compte du matériel supplémentaire.

Action: Impliquer le(s) proposant(s) déjà dans la liste pour élaborer un projet de spécification révisée convenu ensemble. Si l'auteur de la proposition indiqué ne souhaite pas apporter de commentaire ou ne peut pas accepter les changements dans la spécification, la JMPS proposera diverses options pour que la FAO et l'OMS puissent agir de manière appropriée.

3.6 Critères de priorité pour l'élaboration et la revue des spécifications

La FAO et l'OMS dresseront les priorités du programme sur 3 ans selon les critères suivants, qui ne sont pas présentés dans un ordre de priorité strict.

- Élaboration des spécifications pour les nouveaux ingrédients actifs et/ou formulations exigées par la FAO ou l'OMS pour leur utilisation dans des programmes internationaux, comme la lutte antiacridienne et le contrôle des principales maladies à transmission vectorielle.
- Revue des spécifications existantes pour les ingrédients actifs ou les impuretés par rapport aux problèmes de santé graves ou dangers

environnementaux récemment découverts et/ou rejet de ré-homologation lors d'une revue au niveau national/régional pour cette raison.

- Revue ou développement des spécifications pour les ingrédients actifs en cours d'évaluation ou de réévaluation par la JMPR.
- Élaboration des spécifications pour les nouveaux ingrédients actifs ou types de formulation, tels que choisis par l'auteur de la proposition.
- Extension des spécifications existantes pour englober les produits fabriqués par d'autres producteurs.
- Revue des spécifications existantes lorsque des modifications du processus de fabrication ont eu lieu.
- Revue des spécifications existantes lorsque les ingrédients actifs sont, ou sont susceptibles de devenir, soumis à des accords internationaux sur le consentement préalable en connaissance de cause (PIC) ou les polluants organiques persistants (POP).
- Revue des spécifications existantes lorsque les ingrédients actifs sont soumis au retrait de l'homologation nationale ou régionale, en raison de l'absence de données justificatives.
- Revue des spécifications existantes lorsque les ingrédients actifs sont en cours de révision par l'UE, les États-Unis, le Japon et d'autres autorités de réglementation, dans le cadre de programmes de ré-homologation.
- Revue des spécifications existantes préliminaires, provisoires ou intérimaires.
- Revue des spécifications existantes datant de plus de 10 ans, dans les cas où les pesticides sont encore commercialisés.
- Revue des spécifications existantes lorsque les pesticides ne sont plus commercialisés.

Ce programme sur trois ans sera revu chaque année.

4. BUTS, APPLICABILITÉ ET EXIGENCES DES CLAUSES

Note. Certaines clauses supplémentaires sur les insecticides ménagers et les pesticides microbiens figurent dans les Sections 8 et 9. Dans ces cas, les objectifs, l'applicabilité et les conditions requises sont généralement évidentes d'après le contexte des clauses.

Introduction

Une spécification ne devrait pas requérir l'avis de l'acheteur, les clauses devant en elles-mêmes décrire des paramètres quantifiables et fournir des limites. Mis à part le titre et la description, les éléments non quantifiables devraient être inclus dans les notes annexes, mais ne devraient pas faire partie de la spécification. Ces notes peuvent comporter des informations sur la classification du danger du principe actif et des formulations, comme le point d'éclair, ou d'autres propriétés et caractéristiques pouvant aider l'utilisateur, par exemple, des références sur la réglementation au niveau national et international en matière de manipulation et de transport, la phytotoxicité et d'autres problèmes potentiels liés à l'utilisation du produit technique ou formulé. En outre, les notes peuvent fournir des informations justificatives sur les conditions d'essais ou, dans certains cas, fournir des détails sur les méthodes d'essai. Cependant, dans la plupart des cas, les spécifications donnent simplement les références aux méthodes d'essai utilisées.

Les matières actives de qualité technique doivent être aussi pures que possible sur le plan économique, car elles ont généralement tendance à minimiser les problèmes de formulation et de toxicité, ainsi que ceux découlant de la souillure, la phytotoxicité, etc. Lors de l'établissement de normes, la JMPS tiendra compte des problèmes techniques liés à l'amélioration de la qualité, mais, même si aucune raison impérieuse n'existe, les avantages à long terme d'améliorer la qualité l'emportent souvent sur les inconvénients.

La spécification d'une formulation prend en compte les propriétés qui ont une pertinence, par exemple, l'efficacité, la sécurité de l'opérateur et l'impact sur l'environnement. Les essais standards n'existent pas encore pour tous les paramètres pour lesquels des limites de spécification sont souhaitables et, dans certains cas, les essais standards disponibles ne sont pas idéaux. Par conséquent, il y a un besoin continu de nouvelles méthodes d'essais et d'amélioration de celles existantes.

Certaines clauses des Directives présentées dans les Sections 5 à 9 peuvent être inappropriées, ou des clauses supplémentaires peuvent être nécessaires, pour une spécification particulière. Lorsque la nécessité de cette clause dépend clairement du principe actif, les proposants doivent simplement déclarer qu'elle n'est pas pertinente. L'insertion d'une clause, ou la suppression d'une clause standard, dans le projet de spécification doit être appuyée par une analyse raisonnée, qui peut aller d'une simple explication à un argument technique détaillé avec des informations justificatives.

À l'exception des tolérances sur la teneur en ingrédient actif, les propositions de limites de spécification qui sont plus sévères que celles indiquées dans les directives sont généralement acceptables pour la JMPS. Les propositions de limites de spécification qui sont moins restrictives que celles indiquées dans les directives doivent être appuyées par une analyse raisonnée et, si possible, par des données montrant que la formulation peut être utilisée de manière satisfaisante.

Les spécifications de la formulation se réfèrent normalement à un seul ingrédient actif. Lorsque deux ou plusieurs ingrédients actifs sont co-formulés:

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

- 1) La pureté minimale et la teneur maximale spécifiées en impuretés pertinentes pour chaque ingrédient actif sont censées s'appliquer.
- 2) Les méthodes d'analyse évoquées dans les spécifications ne peuvent plus s'appliquer sans être modifiées. Il est du devoir du fabricant de soumettre une information adéquate.
- 3) Pour les propriétés physiques
 - lorsque les limites sont recommandées sous la rubrique « conditions » dans la Section 4.5 de ce manuel, ces limites sont censées s'appliquer.
 - quand aucune limite n'est recommandée, la valeur la moins restrictive de l'« unique » spécification devrait s'appliquer.

Exemples d'application de ces procédures

Spécification pour le principe actif 1	Spécification pour le principe actif 2	Spécification pour le mélange des ingrédients actifs 1 et 2
70% de suspensibilité	95% de suspensibilité	60% de suspensibilité
70% de suspensibilité	aucune spécification	60% de suspensibilité
Faculté d'écoulement 1%	Faculté d'écoulement 3%	Faculté d'écoulement 3%
Faculté d'écoulement 1%	aucune spécification	Faculté d'écoulement 15%
pH 3 ... 6	pH 4 ... 8	pH 4 ... 6
pH 3 ... 6	aucune spécification	aucune spécification

Dans les cas exceptionnels, une spécification peut être acceptée pour un produit co-formulé, mais le fabricant doit expliquer les éléments de base répondant aux conditions requises.

Les spécifications de la FAO/OMS ne s'appliquent pas aux mélanges préparés dans le réservoir de pulvérisation, etc.

Un échantillon prélevé pour les tests de conformité avec une spécification doit, autant que possible, être représentatif de l'ensemble du lot du pesticide examiné. Les recommandations en matière d'échantillonnage sont présentées dans les Sections 8 et 9, dans les notes des spécifications.

4.1 Titre et code

Objectif

Fournir une identification et une description univoques et brèves du pesticide technique ou formulé.

Applicabilité

Toutes les spécifications.

Méthodes

Non pertinent.

Critères

Noms

Le nom commun E-ISO (ou INCI pour les répulsifs, etc.) du principe actif doit être utilisé, pour indiquer son statut. Si un nom ISO ou INCI n'existe

pas, le nom commun, ou le nom chimique selon l'IUPAC ou les conventions de CA, peuvent être utilisés. Si un nom commun est utilisé, le nom chimique de l'IUPAC ou CA doit être fourni en plus.

Codes

Les codes CIPAC pour les ingrédients actifs sont référencés dans l'Annexe F. Les codes de CropLife international pour les pesticides techniques et les types de formulation sont présentés en Annexe E.

Commentaire

Les codes pour les spécifications de la FAO développés en vertu des anciennes procédures ont un code relatif au statut. Le système précédent est expliqué dans l'Annexe B du *Manual on the Development and Use of FAO Specifications for Plant Protection Products*, 4^e édition, Étude FAO Production végétale et protection des plantes 128, 1995, FAO, Rome.

Les codes élaborés en vertu des anciennes procédures de *spécifications complètes* de l'OMS comprennent un code de statut et le type de pesticide, suivi par un numéro attribué à chaque composé et produit formulé. Les codes pour les *spécifications provisoires* attribuent un code de statut et un numéro se référant à l'année de publication et au numéro de fichier. Dans le cadre de la transition vers l'adoption de la nouvelle procédure, les codes de ces spécifications provisoires de l'OMS plus récentes incluent comme information le type de produit, le numéro CIPAC et l'année de publication.

4.2 Description

Objectif

Fournir une description claire et brève des propriétés de la matière active de qualité technique ou de la formulation, qui peut être vérifiée par simple inspection, et des déclarations identifiant le ou les ingrédients actifs et la présence d'additifs essentiels.

Applicabilité

Toutes les spécifications.

Méthodes

Non pertinent.

Critères

La description d'une matière active de qualité technique ou d'une formulation doit fournir l'état physique (par ex, cristaux, liquides, morceaux durs, etc.), la couleur, l'odeur (si approprié, et le goût pour les produits destinés à être utilisés dans l'eau potable) et, si nécessaire, doit déclarer tout agent modificateur présent (par ex. les agents de broyage). Les termes généraux, comme « solide » ou « liquide », doivent être qualifiés avec des adjectifs appropriés pour les rendre plus descriptifs. La description doit être suffisamment précise pour répondre à l'objectif

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

de vérification par simple inspection, et sera préférée à une description générique. Chaque directive pour les spécifications (Sections 5 à 9) comprend une clause standard de description.

Lorsque le principe actif peut exister sous diverses formes chimiques, la description doit identifier pleinement la forme. Par exemple, dans le cas de 2,4-D, le principe actif doit être décrit sous forme de 2,4-D sel de sodium, 2,4-D sans acide, 2,4-D ester d'isooctyle, etc., selon le cas. Si la même spécification doit s'appliquer à plus d'un sel, ester, etc., la clause doit les identifier. Par exemple, «...en sodium, potassium ou sel d'ammonium ...» ou «...en mélange de sodium et sels de potassium...». La phrase doit être supprimée de la description (Sections 5 à 8) si elle ne s'applique pas. Le titre doit inclure le code CIPAC pour le sel ou le dérivé.

Dans la plupart des cas, une spécification s'appliquera uniquement à un seul ingrédient actif, qu'il puisse ou non être formulé avec d'autres. Lorsqu'il est essentiel d'inclure plusieurs ingrédients actifs dans une seule spécification, la description doit identifier tous les ingrédients actifs présents.

Si l'identité et la quantité des additifs essentiels ne sont pas des caractéristiques critiques, les informations les concernant peuvent être fournies dans une note, mais elles ne seront pas considérées comme faisant partie de la spécification. Si elles ont des caractéristiques essentielles, une clause et une limite appropriées doivent être insérées, soutenues par une méthode analytique validée par les pairs.

4.3 Principe actif

4.3.1 Tests d'identité

Objectifs

Disposer d'une méthode éprouvée d'identification du ou des ingrédients actifs.

Applicabilité

Toutes les spécifications.

Méthodes

Doit être référencée et, si elle n'a pas encore été publiée, une description complète doit être fournie à la FAO et/ou l'OMS. Dans le cas d'utilisation de techniques non-standard, la description doit figurer sous forme de note à la fin de la spécification.

Critères

Au moins deux tests sont nécessaires pour identifier l'ingrédient actif, ou son composant actif, dans le but de permettre une décision claire si un test produit des résultats ambigus.

Lorsque le principe actif se présente sous la forme d'un sel (etc.) et le contre-ion (etc.) n'a pas été identifié par le test du composant actif, un

test d'identité distinct peut être nécessaire pour le contre-ion (etc.). Un tel test est généralement plus important pour les spécifications TC/TK, pour que les formulateurs puissent être sûrs de leurs matériaux de départ. Toutefois, si l'identité du contre-ion est importante pour des raisons de stabilité, sécurité, efficacité du produit, etc., le test peut également être requis pour les formulations. Le test d'identité pour le contre-ion peut être plus simple que le test d'identité pour le composant actif ou en faire partie. Par exemple, le point de fusion peut être utilisé ou si un test d'identité du principe actif est basé sur l'IR, une bande spécifique pour le sel peut être suffisante. Un test d'identité unique est généralement suffisant pour le contre-ion (etc.).

Lorsque le principe actif est un mélange d'isomères et son nom commun ISO définit le mélange, la spécification ne nécessite pas de clause pour définir le mélange. Si le mélange n'est pas défini par un nom commun ISO, les spécifications des produits techniques et formulés comprendront normalement une clause pour le rapport des isomères. Dans ce dernier cas, la JMPS étudiera les propositions du fabricant en fonction des réglementations actuelles dans les pays où le principe actif est homologué. Dans les deux cas, la méthode d'analyse pour déterminer le rapport des isomères doit au minimum être validée par les pairs.

4.3.2 *Teneur en principe actif*

Objectifs

Assurer que la teneur en principe actif est décrite par des limites, en reconnaissant le fait que les deux résultats d'analyse et les concentrations réelles sont variables.

Applicabilité

Toutes les spécifications.

Méthodes

La ou les méthodes d'analyse doivent être adoptées par le CIPAC ou l'AOAC (action provisoire ou première action, au minimum) avant la publication de la spécification. Si la méthode n'a pas encore été publiée, des informations détaillées doivent alors être soumises à la FAO et/ou l'OMS par l'auteur de la proposition.

Conditions

Pour les matières solides, les pesticides techniques liquides, les liquides volatils (point d'ébullition maximal de 50 °C) et les liquides visqueux (avec viscosité cinématique minimale de $1 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ à $20 \pm 2 \text{ °C}$) la substance doit être exprimée en g/kg.

Pour les autres liquides, la teneur en ingrédient actif peut être déclarée en termes de g/kg ou g/litre à $20 \pm 2 \text{ °C}$.

La teneur en principe actif des **matériaux techniques** (TC) doit être exprimée comme suit:

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

« La teneur [nom commun ISO] doit être déclarée (pas moins que g/kg) et, lorsqu'elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas être inférieure à la teneur minimale déclarée. »

La teneur en principe actif de **concentrés techniques (TK) et de pesticides formulés** doit être exprimée comme suit:

« La teneur..... [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou en g/litre à 20 ± 2 °C), et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de celle déclarée de plus que les tolérances suivantes: »

Les tolérances pour les produits formulés et TK doivent être exprimées sous la forme du tableau ci-dessous, comprenant seulement les chiffres appropriés de teneur et de tolérance.

Teneur déclarée en g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C	Tolérance
Jusqu'à 25	$\pm 15\%$ de la teneur déclarée pour les formulations « hétérogènes » (EC, SC, SL, etc.), ou $\pm 25\%$ pour les formulations « hétérogènes » (GR, WG, etc.)
de plus 25 à 100	$\pm 10\%$ de la teneur déclarée
de plus de 100 à 250	$\pm 6\%$ de la teneur déclarée
de plus de 250 à 500	$\pm 5\%$ de la teneur déclarée
de plus de 500	± 25 g/kg ou g/litre
<u>Note</u> Dans chaque gamme la limite supérieure est incluse	

Commentaires

Les tolérances se réfèrent au résultat d'analyse moyen obtenu et prennent en compte les variations de fabrication, d'échantillonnage et d'analyse, sauf si un excédent est requis. Des écarts positifs des limites supérieures indiquées dans le tableau peuvent être utilisés si la formulation est fabriquée avec un excédent pour compenser la dégradation dans le stockage. Les conditions par rapport à un excédent doivent être justifiées lorsque le projet de spécification est proposé.

Les matériaux techniques (TC) n'ont pas une limite supérieure donnée pour la teneur car il est souhaitable que leur pureté soit la plus élevée possible. Une augmentation de la teneur en ingrédient actif au-dessus du minimum spécifié n'aura pas de conséquences de risque mesurables, mais la diminution consécutive de la teneur en impuretés peut réduire les risques et minimiser la dispersion des impuretés dans l'environnement.

Les concentrés techniques ou formulations seront considérés comme conformes à la spécification si le résultat d'analyse moyen se situe dans la fourchette de tolérance de la teneur déclarée.

En cas de litige, si une spécification prévoit des limites à la fois en g/kg et g/l, les résultats d'analyse doivent être déterminés et exprimés en g/kg. La conversion des données g/kg en g/l doit se baser sur la mesure de la masse réelle par millilitre de la formulation à une température spécifique, et non sur une valeur nominale.

La validation de la méthode et le développement de la spécification peuvent avoir lieu en parallèle, ou la première peut précéder cette dernière. Toutefois, la spécification ne sera pas publiée avant la fin de la validation de la méthode.

Le tableau des tolérances ne doit inclure que les concentrations de formulation qui sont disponibles sur le marché et, dans le cas des spécifications de l'OMS, celles qui ont été évaluées par le WHOPEP.

Lorsque la méthode de détermination de la teneur en ingrédient actif est basée sur la seule détection du composant actif d'un sel (etc.) et non le sel complet (etc.), la spécification doit définir la base exacte pour le calcul et l'expression de la teneur en ingrédient actif. La même chose s'applique lorsque la teneur en ingrédient actif est déterminée indirectement.

Dans des cas particuliers, un excédent par rapport à la teneur nominale peut être accepté, mais doit être justifié par l'auteur et l'excédent doit être aussi faible que possible.

4.3.3 Tolérances élargies pour la teneur en ingrédient actif de formulations solides mixtes

Objectif

Tenir compte du fait que les solides ne peuvent pas être mélangés pour produire le degré d'homogénéité réalisable avec des mélanges liquides.

Applicabilité

Mélanges de produits solides préparés après la formulation.

Méthode

Un exemple de calcul est donné en Annexe J. Les limites de la teneur en ingrédient actif (Section 4.3.2) au sein de chaque formulation sont étendues en appliquant une tolérance correspondant à la teneur de la formulation dans le mélange, comme suit.

Limite supérieure ou inférieure de la formulation du principe actif (p.a), g/kg (A) =

$$\frac{\text{Teneur déclarée du principe actif (p.a). dans le composant, g/kg}}{\pm \text{tolérance}}$$

Limite supérieure ou inférieure du composant, g/kg (B) =

$$\frac{\text{Teneur déclarée du composant dans le mélange, g/kg}}{\pm \text{tolérance}}$$

Limite supérieure ou inférieure étendue du principe actif (p.a.), g/kg = (A x B)/1000

où:

p.a. = principe actif;

composant = formulation contenant le principe actif (p.a.);

tolérance = valeur obtenue dans le tableau des tolérances (4.3.2), selon la valeur déclarée pour la teneur en i.a. ou composant. La tolérance est ajoutée ou soustraite pour calculer les valeurs limites supérieures ou inférieures, respectivement, pour A et B.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Critères

La taille de l'échantillon à analyser (portion de test) doit être indiquée.

Commentaires

Les valeurs pour B ne sont pas prises comme tolérances pour ajouter des composants au mélange. Elles fournissent une approche simple et empirique pour le calcul des tolérances élargies et reflètent les limites réalisables avec de bonnes pratiques de fabrication.

4.3.4 Uniformité de la dose des comprimés

Objectif

S'assurer que la dose de la matière active active soit systématiquement précise.

Applicabilité

Comprimés pour application directe (DT), comprimés solubles dans l'eau (ST), comprimés dispersables dans l'eau (WT).

Méthode

Analyse d'un nombre spécifié de comprimés individuels pour déterminer l'écart type relatif de la teneur en principe actif.

Critères

Il ne peut pas être donné de limites générales.

4.3.5 Taux de libération, ou indice de résistance au lavage du principe actif

Objectif

S'assurer que le mouvement du principe actif dans ou à la surface d'un produit, ou à partir d'un produit à libération contrôlée ou lente, ait lieu d'une manière définie.

Applicabilité

Granulés à libération lente (GR), suspensions de capsule à libération lente (CS), formulation liquide multi-caractères (ZC, ZW, ZE), filets insecticides de longue durée (LN), sacs de stockage de longue durée (LB), formulation à libération de matrice (MR).

Méthodes

Les méthodes de test appropriées n'existent pas pour les granulés à libération lente. Les méthodes de test pour CS, LN, LB et MR sont spécifiques au produit. La CIPAC a développé une méthode pour déterminer l'indice de résistance au lavage du principe actif pour LN et LB. L'indice de résistance au lavage est déterminé par l'analyse de trois échantillons de moustiquaire, représentant des points de lavage de 0 et 4 pour une teneur totale en ingrédient actif et en calculant l'indice moyen de résistance par lavage. Cette méthode de lavage est normalisée dans l'ouvrage publié par l'OMS « WHO Guidelines for laboratory and field testing of long-lasting insecticidal mosquito nets », document

WHO/CDS/WHOPES/GCDPP/2005.11, Organisation mondiale de la santé, Genève, 2005.

MT 190 propriétés de libération des formulations de lambda-cyhalothrine micro-encapsulées, MT 195, indice de résistance au lavage de LN.

Critères

Il ne peut pas être donné de limites générales.

Commentaires

La libération du principe actif à partir de formulations à libération lente ou contrôlée dépend de l'environnement extérieur et des forces physiques placées/imposées aux capsules, granulés ou tissus. Les granulés encapsulés et les capsules sont généralement soumis à un environnement plus ou moins cohérent après l'application et les tests le reflètent. En revanche, les formulations LN pour la santé publique sont lavées de manière intermittente par l'utilisateur et des tests peuvent être conçus pour montrer qu'il est conservé suffisamment de teneur en ingrédient actif durant le lavage ou qu'elle migre vers la surface après le lavage.

Les tests exigent d'adhérer strictement au protocole de la méthode parce que les caractéristiques de libération ou de rétention du principe actif sont définies par la méthode de mesure. Le procédé est destiné à distinguer un produit avec un taux acceptable de libération/rétention lors de l'utilisation d'un produit libérant le principe actif trop rapidement ou trop lentement. Aucun test ne peut simuler l'ensemble des conditions qui se produisent lors d'une utilisation normale, mais la méthode est prévue pour fournir une indication générale et d'indiquer si la libération/rétention est acceptable lorsque le produit est utilisé selon les recommandations de l'étiquette.

4.3.6 **Principe actif «libre»¹**

Objectif

Limiter la proportion d'ingrédient actif qui peut être considérée comme non-encapsulée dans une formulation encapsulée, afin de limiter les risques d'exposition par voie cutanée des utilisateurs (la formulation peut être rincée sur la peau avant qu'une pénétration significative du produit n'ait lieu).

Applicabilité

Capsules en suspension à libération lente (CS), granulés à libération lente (GR). Formulation liquide multi-caractères (ZC, ZW, ZE).

¹ Ne comprend pas la concentration de surface du principe actif sur des formulations telles que LN, qui ont tendance à varier avec les conditions actuelles ou les antécédents dans lesquelles la formulation est (ou a été) conservée. Bien que la concentration de surface soit importante pour l'utilisateur, elle est généralement trop instable pour former une partie d'une spécification.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Méthode

Les méthodes d'essai sont spécifiques aux produits. Des méthodes d'essai appropriées ont besoin d'être disponibles.

Critères

Il ne peut pas être donné de limites générales.

Commentaire

Le principe actif « libre » peut être en solution, émulsion ou adhérer à l'extérieur des parois de la capsule. Le principe actif dans les capsules à libération lente est généralement en équilibre dynamique avec le milieu extérieur et toute mesure qui perturbe l'équilibre pourra changer sa distribution. Les méthodes utilisées exigent donc le strict respect du protocole d'extraction du fait que le principe actif « libre » est défini par la méthode de mesure.

4.4 Impuretés pertinentes

4.4.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage

Objectif

Limiter la teneur en impuretés (autres que l'eau ou les insolubles) qui peuvent autrement accroître les risques associés à la manipulation ou à l'utilisation du matériel technique ou de la formulation, ou nuire à l'efficacité de la formulation.

Applicabilité

Toutes les spécifications où les impuretés pertinentes peuvent être associées à l'ingrédient actif.

Méthodes

Les méthodes d'analyse doivent être validées par des pairs, au minimum. Lorsque la méthode d'analyse et les données de validation par les pairs n'ont pas été publiées, elles doivent être soumises à la FAO et/ou l'OMS, pour une évaluation par la JMPS. La méthode d'analyse, sauf si elle a été publiée, doit être décrite dans une note à la spécification. La CIPAC a publié une directive¹ sur les conditions de validation par les pairs des méthodes d'analyse des impuretés pertinentes.

Critères

Le niveau maximal autorisé doit être donné en g/kg de la teneur en principe actif. Le niveau maximum autorisé peut être donné en g/kg de produit formulé seulement dans des cas exceptionnels où l'élément de

¹ Directives de la CIPAC pour les méthodes d'analyse pour la détermination des impuretés pertinentes mentionnées dans les spécifications de la FAO/OMS pour les formulations et les ingrédients des matières actives de qualité techniques des pesticides; rev. 7 (juin 2009). Disponible sur <http://cipac.org/index.php/guidelines> (mars 2016)

preuve est fourni pour montrer que sa concentration par rapport au principe actif est affectée par la formulation, la dilution, etc.

Les clauses ne doivent être fournies que pour les impuretés pertinentes (voir commentaires, ci-dessous).

Des clauses séparées doivent être fournies pour chaque impureté pertinente.

Commentaires

La Section 3.1 D décrit la manière dont la JMPS décide si une impureté est pertinente ou non pertinente et comment les limites sont fixées pour les impuretés pertinentes.

Les impuretés pertinentes peuvent être présentes dans des agents de formulation et une contamination involontaire avec d'autres produits chimiques peut se produire lors de la préparation d'une formulation. Les formulations et leurs impuretés et les contaminants de formulation ne sont pas dans la portée des spécifications de la FAO et de l'OMS. Dans certains cas exceptionnels, quand une impureté dans un agent de formulation est capable d'augmenter la teneur en impureté pertinente produite par synthèse ou dégradation du principe actif, la teneur maximale de l'impureté pertinente peut être spécifiée sur la base de la formulation (par opposition à l'habituelle base d'ingrédients actifs). Dans tous les autres cas où des composés dangereux peuvent être présents dans des agents de formulation, les fabricants de formulations doivent s'assurer que les risques provenant de ces sources sont réduits au minimum et acceptables.

Le niveau moyen mesuré d'une impureté pertinente ne doit pas dépasser sa limite maximale déclarée.

4.4.2 Eau

Objectif

Pour limiter la teneur en eau lorsque l'eau peut nuire à la stabilité du stockage ou, dans le cas du TC/TK, lorsque la nouvelle formulation du principe actif contenant trop d'eau peut rendre le produit inacceptable.

Applicabilité

Matériels techniques, concentrés techniques et formulations non aqueuses.

Méthodes

Méthode MT 30.2: méthode Dean et Stark

MT 30.5 Eau: méthode de Karl Fischer utilisant des réactifs sans pyridine.

Condition

Le niveau maximal autorisé doit être donné en g/kg de la matière active de qualité technique ou de la formulation.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Commentaires

Cette clause est nécessaire uniquement lorsque l'eau est directement considérée comme une impureté pertinente, ou lorsqu'elle a le potentiel de devenir une impureté pertinente dans les produits formulés à partir d'un TC/TK, et que l'eau n'est pas limitée de manière adéquate par une autre clause. L'eau est généralement acceptée comme une impureté pertinente dans un TC/TK si elle doit être utilisée pour préparer des formulations sensibles à l'eau, telles que EC, UL, DC, OL et OD.

4.4.3 **Insolubles**

Objectifs

Pour limiter les matériaux qui sont insolubles dans des solvants spécifiés. Cela permet aux producteurs de formulations de quantifier les impuretés qui, lorsque la formulation est utilisée sur le terrain, sont susceptibles de bloquer les filtres et les tuyaux, ou qui peuvent autrement affecter négativement les propriétés physiques de la formulation. Pour être inclus dans une spécification, il est nécessaire de démontrer que les insolubles sont pertinents.

Applicabilité

Matériels techniques et concentrés techniques, s'ils sont requis.

Méthodes

- MT 7 matériel éthanol insoluble;
- MT 71 matériel sodium hydroxide insoluble;
- MT 10 matériel eau insoluble;
- MT 11 matériel xylène insoluble;
- MT 27 matériel acétone insoluble;
- MT 35 matériel huile insoluble.

Spécification

Le niveau maximal autorisé doit être donné en g/kg de matière active de qualité technique. La méthode à utiliser doit être indiquée.

Commentaires

Si aucune des méthodes existantes n'est adaptée, il faut en donner les raisons et fournir des alternatives référencées avec informations à l'appui pour leur validation.

4.5 **Propriétés physiques**

Introduction

Aux fins de ce manuel, ces propriétés sont avant tout regroupées et numérotées comme suit: (i) les propriétés de densité, 1-10; (ii) les propriétés de surface, 11-20; (iii) les propriétés de volatilisation, 21-30; (iv) les propriétés des particules, de fragmentation et d'adhérence, 31-40; (v) les propriétés de dispersion, 41-50; (vi) les propriétés d'écoulement, 51-60; (vii) la solution et les propriétés de dissolution,

61-70. Ces groupes ne sont pas définitifs et certaines propriétés peuvent apparaître dans plus d'une catégorie.

Les tests de propriétés physiques ne peuvent pas imiter ce qui arrive sur le terrain. Les tests fournissent plutôt des modèles simples afin de juger si la performance est satisfaisante/insatisfaisante. Les limites des performances satisfaisantes sont basées sur l'expérience des fabricants, de WHOPEs et d'autres encore, concernant les performances physiques sur le terrain en matière de résultats de test. Les résultats des tests sont donc représentatifs de la performance physique, ils ne définissent pas exactement comment un produit va se comporter dans des conditions spécifiques.

Pour certains tests physico-chimiques, les limites recommandées sont indiquées. Par exemple, dans le cas de la suspensibilité, au moins 60 pour cent du principe actif reste en suspension. Cependant, dans certains cas, en raison des conditions de test normalisées (par ex. la température d'essai), les résultats des tests peuvent ne pas respecter les limites des directives, en dépit du fait que la formulation est adaptée pour l'utilisation qui en est prévue. Une limite moins stricte ne signifie pas automatiquement que la formulation est impropre à l'utilisation, mais, quand une limite proposée est moins stricte que celle donnée dans la directive, la JMPS exige des éléments de preuves pour démontrer le comportement acceptable de la formulation dans le réservoir de pulvérisation ou dans un autre équipement d'application.

Les propriétés physiques des formulations que l'on dilue avec de l'eau avant utilisation peuvent être affectées par la dureté de l'eau utilisée pour la dilution et la température de l'eau. Les températures des tests pour la détermination de certaines propriétés physiques ont été harmonisées à 30 ± 2 °C. Non pas parce que cela représente une température « moyenne », mais parce que c'est une température qui est facilement maintenue dans la plupart des laboratoires (par ex. dans un bain d'eau, qu'il peut être difficile ou relativement coûteux à contrôler à des températures inférieures). Toutefois, la CIPAC a commencé à appliquer 25 ± 5 °C comme fourchette de température standard dans les méthodes MT nouvelles ou révisées, par exemple dans MT 47.3 (mousse persistante) et MT 197 (désintégration des comprimés).

Le manuel F de la CIPAC énumère les eaux-étalons qui peuvent être utilisées dans les tests en laboratoire, pour simuler les eaux naturelles. À quelques exceptions près, l'eau-étalon D doit être adoptée pour les tests, même lorsqu'une eau-étalon alternative est recommandée dans la méthode CIPAC. Des exceptions existent pour les tests de stabilité de l'émulsion et de stabilité de la dispersion où les eaux-étalons A et D doivent être utilisées.

Les concentrations des tests doivent être liées aux taux d'utilisation recommandés indiqués sur l'étiquette. Lorsque plusieurs taux d'utilisation sont recommandés, les concentrations les plus élevées et les plus basses (à condition qu'elles correspondent avec la portée et les limites de la méthode de test) doivent être utilisées, même lorsque d'autres concentrations sont indiquées dans la méthode CIPAC existante. Les méthodes CIPAC récemment révisées prennent cela en compte.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

(i) Propriétés de la densité

4.5.2 Densités versées et tassées apparentes

Objectif

Fournir des informations sur l'emballage et pour le transport et l'application. Les spécifications de densité peuvent avoir une utilité particulière pour les matières solides lorsque la mesure de la dose se fait à partir du volume (pelle ou autre récipient) plutôt que par le poids.

Applicabilité

Matériel granulé.

Méthode

MT 186 Densité apparente, méthode préférée.

Critères

Il ne peut pas être donné de limites générales.

Commentaire

Les limites doivent être justifiées.

(ii) Propriétés de surface

4.5.11 Mouillabilité

Objectif

S'assurer que des poudres et des granulés dispersables/solubles dans l'eau et des poudres et des granulés émulsifiables sont rapidement mouillés lorsqu'ils sont mélangés avec de l'eau, par ex., dans le réservoir d'une machine de pulvérisation.

Applicabilité

Toutes les formulations solides pouvant être dispersées ou mouillées dans l'eau.

Méthode

MT 53.3 Mouillabilité des poudres mouillables.

Critères

Normalement, la formulation doit être mouillée en 1 mn, sans brassage.

4.5.12 Mousse persistante

Objectif

Limiter la quantité de mousse produite lors du remplissage du réservoir de pulvérisation.

Applicabilité

Toutes les formulations destinées à une dilution avec de l'eau avant utilisation.

Méthode

MT 47.3 Mousse persistante

Condition

Normalement, il devrait y avoir 60 ml maximum de mousse après 1 mn.

Commentaires

La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur.

À l'exception des formulations emballées dans des sacs solubles dans l'eau, la formation de mousse persistante n'est pas testée après stockage à température élevée, car les tensioactifs sont peu susceptibles d'être plus efficaces après stockage.

(iii) Propriétés de volatilisation¹

4.5.21 Volatilité

Objectif

Veiller à ce que l'application de formulations à très faible volume ne conduise pas à une dérive inacceptable due à l'évaporation trop rapide des gouttelettes pulvérisées.

Applicabilité

Liquides au très faible volume (UL).

Méthodes

Aucune méthode de test n'existe pour la volatilité de UL.

¹ Le point d'éclair est une caractéristique de sécurité importante de nombreuses formulations liquides. En vertu de l'ancienne procédure de la FAO et de l'OMS, les clauses pour limiter le point d'éclair étaient incluses dans certaines spécifications indicatives mais elles ont été retirées dans la nouvelle procédure. Le point d'éclair est généralement déterminé par les solvants utilisés pour la formulation et est donc contrôlé par le fabricant. Cependant, le point d'éclair est une mesure de risque, pas de performance, et, comme dans le cas du principe actif, les risques dépendent de l'application. Comme avec d'autres risques, la JMPS ne peut pas procéder à des évaluations de risque et se fonde sur les évaluations effectuées par les autorités nationales d'homologation, l'OMS/PCS, l'IPCS et la JMPS de FAO/OMS. Les évaluations des risques liées au principe actif peuvent habituellement être adoptées librement*, car les caractéristiques des risques comme la toxicité ne sont pas fortement influencées par le climat. En revanche, les risques associés au point d'éclair dépendent à la fois du climat et des utilisations spécifiques et il est difficile de fournir des spécifications mondiales pour cette caractéristique. Dans les cas où le point d'éclair est une préoccupation majeure, une « note » peut être insérée dans une spécification, afin d'attirer l'attention sur la nécessité de respecter les exigences nationales, mais les spécifications FAO/OMS ne peuvent pas fournir une limite unique universelle du point d'éclair.

* Note. Un critère de développement d'une spécification de la FAO/OMS est l'homologation actuelle par une ou plusieurs autorités compétentes, ce qui implique que les risques associés à une ou plusieurs utilisations du produit ont été évalués comme acceptables dans un ou plusieurs pays. L'existence d'une spécification FAO/OMS ne diminue pas la nécessité que d'autres autorités compétentes en matière d'homologation évaluent les risques associés à l'utilisation du produit dans des domaines pour lesquels ils sont responsables.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Condition

Dépend de la méthode de mesure.

Commentaires

Le taux d'évaporation des gouttelettes dépend de leur taille, de leur composition et de la température de l'air. La taille initiale des gouttelettes est en partie fonction de l'équipement d'application utilisé. En l'absence d'un test standard du taux d'évaporation, la méthode adoptée pour la spécification doit être mise à la disposition de la FAO et/ou de l'OMS, ainsi que les données confirmant sa validité. Des informations doivent être fournies sur la corrélation entre la volatilité spécifiée et la réduction de la taille des gouttelettes et l'augmentation du risque consécutif d'altération.

(iv) Propriétés, fragmentation et adhésion des particules

4.5.31 Test du tamis humide

Objectif

Limiter la teneur en particules insolubles de tailles qui peuvent entraîner un blocage des tuyaux pulvérisateurs ou des filtres.

Applicabilité

Les poudres mouillables (WP); les concentrés en suspension y compris ceux pour le traitement des semences et à base d'huile (SC, FS et OD); les granulés dispersables dans l'eau (WG) et les poudres pour poudrage dans l'eau pour le traitement humide des semences en suspension (WS); les suspensions de capsule aqueuse (CS); les concentrés dispersables (DC); les suspensions-émulsions (SE); les comprimés dispersables et solubles dans l'eau (ST et WT); et les granulés et les poudres émulsifiables (EG et EP).

Méthodes

MT 182 Tamisage humide en utilisant de l'eau recyclée;

MT 185 Test du tamis humide, méthode préférée, révision des méthodes MT 59.3 et MT 167.

Condition

Une formule et des valeurs appropriées peuvent être:

Maximum 2% retenu sur un tamis de 75 µm.

Commentaire

Dans certaines directives de spécification, ce test n'est pas inclus parce qu'il figure effectivement dans les autres tests, par ex., pour la stabilité de la solution, voir 4.5.64.

4.5.32 **Test du tamis sec**

Objectif

Limiter la teneur en particules de tailles indésirables.

Applicabilité

Poudres et granulés destinés à l'application directe et au traitement des semences.

Méthode

MT 170 Analyse par tamisage sec des granulés dispersables dans l'eau (WG).

Critère

Il ne peut pas être donné de limites générales.

4.5.33 **Fourchette de taille nominale**

Objectif

S'assurer qu'une proportion acceptable d'une formulation de granulés est dans une fourchette de taille appropriée des particules, afin de minimiser la séparation lors du transport et de la manipulation, pour assurer des débits uniformes à travers l'équipement d'application.

Applicabilité

Granulés (GR).

Méthodes

MT 170 Analyse par tamisage sec des granulés dispersables dans l'eau (WG);

MT 187 Analyse granulométrique par diffraction laser.

Critères

Au moins 85 pour cent de la formulation doivent être compris dans la fourchette de taille nominale.

Commentaire

La fourchette de taille peut affecter l'activité biologique et la pertinence du matériel d'application.

4.5.34 **Teneur en poussières**

Objectif

Restreindre la teneur en poussière des formations granulaires qui peuvent libérer des poussières dans l'air lorsqu'elles sont manipulées et appliquées, et donc comporter des risques pour les utilisateurs.

Applicabilité

Granulés (GR), granulés dispersables dans l'eau (WG), granulés émulsifiables (EG) et granulés solubles dans l'eau (SG).

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Méthode

MT 171.1 Teneur en poussières des formulations granulaires¹.

Condition

La préparation doit avoir une teneur maximale en poussières collectées de 30 mg avec la méthode gravimétrique ou un facteur de poussière maximum de 25 avec la méthode optique MT 171.1.

Commentaires

La méthode MT 171.1 décrit deux façons de mesurer la teneur en poussières: une méthode gravimétrique et une méthode optique. La méthode optique montre généralement une bonne corrélation avec la méthode gravimétrique et peut donc être utilisée en alternative, quand l'équipement est disponible. Lorsque la corrélation est incertaine, elle doit être vérifiée avec la formulation à tester. En cas de litige, la méthode gravimétrique doit être utilisée.

4.5.35 Résistance à l'attrition ou degré d'attrition

Objectifs

S'assurer que les formulations granulaires et des comprimés restent intactes jusqu'à l'utilisation, et minimiser les risques de fines particules lors de la manipulation ou de l'utilisation générée par attrition dans la manutention et le transport. Dans le cas des formulations des comprimés et des granulés (GR), pour éviter la formation de poussières et/ou fines particules qui peuvent aussi influencer sur l'application et l'efficacité sur le terrain.

Applicabilité

Formulations granulaires (GR, WG, SG et EG) et formulations de comprimés (DT, WT, ST, en fonction de leur mode d'utilisation prévu).

Méthode

MT 178 Résistance à l'attrition des granulés (GR);

MT 178.2 Résistance à l'attrition des granulés destinés à la dispersion dans l'eau (WG, SG, EG);

MT 193 Friabilité des comprimés.

Condition

Il ne peut pas être donné de limites générales.

Commentaire

MT 193 de la CIPAC mesure l'attrition (tendance à perdre du matériel sur les surfaces/bords en raison de l'impact et de la friction).

¹ La MT 171.1 révisée a été adoptée lors de la réunion CIPAC à Athènes en 2015. LA MT 171 est obsolète et ne doit pas être utilisée avec de nouvelles propositions de spécification, mais reste valable pour soutenir les spécifications existantes. Les résultats obtenus par la MT 171.1 sont équivalents aux résultats obtenus par la MT 171.

La résistance à l'attrition d'une tablette est souvent étroitement liée à la conception de l'emballage. Si une tablette est emballée dans un emballage qui la protège et absorbe les chocs, la retirer de son emballage pour faire un test d'abrasion/d'intégrité peut ne pas être approprié pour le contrôle de la qualité, car elle sera soumise à des forces d'impact et d'abrasion dépassant largement celles qui se produisent normalement durant le transport, le stockage et la manutention de l'emballage commercial.

4.5.36 ***Intégrité des comprimés***

Objectifs

S'assurer que les comprimés demeurent intacts jusqu'à leur utilisation, afin que la dose prévue soit appliquée.

Applicabilité

Comprimés (DT, ST et WT).

Méthode

Observation visuelle.

Critères

Aucune tablette cassée dans au moins un paquet/emballage contenant plusieurs comprimés.

4.5.37 ***Adhérence aux semences***

Objectifs

S'assurer que la dose prévue reste sur les semences et ne se retire pas facilement, ce qui peut augmenter les risques au niveau de la manipulation et nuire à l'efficacité du produit.

Applicabilité

Toutes les formulations de traitement des semences.

Méthodes

MT 194 Adhésion à la semence traitée.

Condition

Aucune limite générale ne peut être donnée.

4.5.38 ***Fourchette de taille des particules***

Objectif

Limiter la taille des particules en suspension à une fourchette suffisamment étroite pour garantir l'efficacité et/ou la sécurité optimales du produit.

Applicabilité

Formulations pour phases multiples, si appropriées.

Méthodes

MT 187 Analyse granulométrique par diffraction laser.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Critères

Les limites dépendent généralement du produit.

4.5.39 Dureté des comprimés

Objectif

Veiller à ce que les comprimés restent intacts lors de la manipulation et de l'application.

Applicabilité

Les comprimés ne doivent pas s'effriter avant ou pendant l'application.

Méthode

Aucune méthode de test appropriée n'existe pour mesurer la dureté des comprimés.

Critères

Les limites dépendent généralement du produit.

(v) Propriétés de dispersion

4.5.41 Dispersibilité et spontanéité de dispersion

Objectif

Veiller à ce que la formulation se disperse rapidement et facilement lorsqu'elle est diluée avec de l'eau.

Applicabilité

Les concentrés en suspension (SC), les suspensions de capsules aqueuses (CS) et les granulés dispersables dans l'eau (WG).

Méthodes

MT 160 Spontanéité de la dispersion des concentrés en suspension;

MT 174 Dispersibilité des granulés dispersables dans l'eau.

Critères

Pour les concentrés en suspension, les suspensions en capsules, normalement au moins 60% du principe actif reste en dispersion. Pour les granulés dispersables dans l'eau (WG), la dispersibilité est d'au moins 60% par analyse gravimétrique.

Commentaires

L'utilisation de la méthode MT 160 d'analyse chimique est la seule technique totalement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. Des mesures plus simples telles que la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière, à condition qu'elles aient démontré donner des résultats équivalents à ceux de la méthode d'analyse chimique. En cas de litige, l'analyse chimique doit être la mesure de référence. La

méthode MT 174 n'a été validée que pour la détermination gravimétrique.

4.5.42 Temps de désintégration et dispersion/dissolution

Objectifs

S'assurer que les comprimés solubles ou dispersables se désintègrent rapidement avec l'ajout d'eau et que la formulation est facilement dispersée ou dissoute.

Applicabilité

Comprimés solubles (ST) et comprimés dispersables dans l'eau (WT).

Méthodes

MT 196 Propriétés de la solution des formulations ST;

MT 197 Désintégration des comprimés.

Condition

Il ne peut pas être donné de limites générales.

4.5.43 Suspensibilité

Objectif

S'assurer qu'une quantité suffisante du principe actif est dispersée de façon homogène en suspension dans le liquide de pulvérisation pour obtenir un mélange satisfaisant et efficace lors de la pulvérisation.

Applicabilité

Les poudres mouillables (WP), les concentrés en suspension (SC), le concentré fluide pour le traitement des semences (FS) qui sont dilués pour l'utilisation, les suspensions de capsules (CS), les granulés dispersables dans l'eau (WG) et les comprimés dispersables dans l'eau (WT).

Méthode

MT 184 Suspensibilité des formulations lors de la dilution dans l'eau (harmonisation des méthodes MT 15, MT 161 et MT 168).

Condition

Pour les poudres mouillables, les concentrés en suspension, les suspensions en capsules et les granulés dispersables dans l'eau, normalement au moins 60% du principe actif restent en suspension.

Commentaires

La suspension est préparée selon la méthode indiquée dans les instructions d'utilisation de la formulation ou, si aucune méthode n'est donnée, selon la méthode MT 184 (b), sans écrémage. Le test est normalement réalisé avant et après le test de stabilité à température élevée, avec une eau-étalon CIPAC D. Les suspensions doivent être testées aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés, sous réserve qu'ils soient dans la portée de la méthode. Lorsque le test définit une limite inférieure de 0.2%, la limite supérieure

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

est définie de manière implicite uniquement par le 1/10 restant des 250 ml. La masse de l'échantillon utilisée doit par conséquent entraîner un volume de sédimentation inférieur à 25 ml. C'est généralement le cas avec les formulations qui sont diluées dans la plage basse des pourcentages. Toutefois, les formulations FS – si jamais elles sont diluées avant l'utilisation – ont de telles concentrations élevées à l'emploi qu'elles ne sont pas en ligne avec la limite supérieure implicite de la MT 184 et la suspensibilité ne doit pas être testée. Le test est réalisé dans un bain d'eau à 30 ± 2 °C, à moins que d'autres températures soient requises.

4.5.44 **Stabilité de la dispersion**

Objectif

S'assurer qu'une proportion suffisante du principe actif est dispersée de manière homogène dans la suspension et l'émulsion dans le liquide de pulvérisation pour obtenir un mélange satisfaisant et efficace tout au long de la pulvérisation.

Applicabilité

Suspensions-émulsions (SE), granulés émulsionnables (EG), poudres émulsionnables (EP), concentrés dispersables (DC) et concentrés de suspension à base d'huile (OD).

Méthode

MT 180 Stabilité de la dispersion des suspensions-émulsions.

Condition

La formulation, lorsqu'elle est diluée à 23 ± 2 °C (à moins que d'autres températures soient requises) avec de l'eau-étalon CIPAC A et D, doit continuer à être conforme à ce qui suit:

Délais après avoir permis à la dispersion de tenir	Limites de stabilité
0 h	Dispersion complète initiale
0.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml sédiment, maximum: ml
24 h	Re-dispersion complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml sédiment, maximum: ml

Commentaire

Le test doit être effectué aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés.

4.5.45 **Stabilité de l'émulsion et ré-émulsification**

Objectif

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

S'assurer qu'une proportion suffisante d'ingrédient actif soit dispersée uniformément dans l'émulsion pour obtenir un mélange satisfaisant et efficace tout au long de la pulvérisation

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Applicabilité

Les concentrés émulsionnables (EC), les émulsions, l'huile dans l'eau (EW) et les microémulsions (ME)

Critères

La formulation, lorsqu'elle est diluée à 25 ± 5 °C (à moins que d'autres températures soient requises) avec de l'eau-étalon CIPAC A et D, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après dilution	Limites de stabilité, MT 36.3
0 h	émulsification complète initiale
0.5 h	« crème », maximum: ml
2.0 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
24 h	ré-émulsification complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
Note: les tests après 24 h sont uniquement requis quand il y a un doute pour les résultats à 2 h	

Commentaires

Le test est normalement entrepris avant et après le test de stabilité au chauffage, avec de l'eau-étalon CIPAC A et D à une température de 25 ± 5 °C. Le test doit être effectué aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés et s'inscrire dans le cadre de la méthode.

(vi) Propriétés de fluidité

4.5.51 Fluidité

Objectifs

S'assurer que les granulés pour une application directe s'écoulent librement lors de l'application; et que les granulés pour dispersion ou dissolution dans l'eau circulent librement, au lieu de s'agglutiner, après le stockage.

Applicabilité

Granulés dispersables dans l'eau (WG), granulés hydrosolubles (SG), granulés (GR) et granulés émulsifiables (EG).

Méthodes

MT 172.1 Fluidité des préparations granulaires après un stockage accéléré sous pression.

Condition

Il ne peut être donné aucune limite générale.

4.5.52 Faculté d'écoulement

Objectif

S'assurer que les formulations ont des caractéristiques qui leur permettront de s'écouler facilement des conteneurs.

Applicabilité

S'applique aux concentrés en suspension (SC, FS et OD), aux suspensions de capsules aqueuses (CS), aux suspensions-émulsions (SE), aux émulsions huile dans l'eau (EW) aux formulations visqueuses similaires, mais peut également s'appliquer aux formulations en solution, comme les concentrés solubles (SL) et les concentrés émulsifiables (EC).

Méthodes

MT 148.1 Faculté d'écoulement des concentrés en suspension, révisée.

Condition

« Résidu » maximum: 5%.

Commentaires

Le « résidu » est la proportion de la formulation restant dans le cylindre.

La clause ne définit pas les caractéristiques d'écoulement et de rinçage des conteneurs. Les caractéristiques d'écoulement des combinaisons formulation/conteneur sont uniques et la méthode d'essai détermine seulement la performance de la formulation dans un cylindre d'essai. Même si les caractéristiques d'écoulement et de rinçage de la combinaison formulation/réceptacle sont importantes pour l'utilisateur, il n'y a pas encore de méthodes disponibles qui permettent de les intégrer aux spécifications de la FAO et de l'OMS.

Lorsque la limite proposée est élevée, il sera nécessaire de démontrer que le résidu peut être rincé facilement dans les conteneurs.

4.5.53 *Viscosité*

Objectif

S'assurer que les formulations monophasées, par ex. UL, aient des propriétés de viscosité appropriées à leur objectif.

Applicabilité

UL

Méthodes

MT 192 Viscosité des liquides par viscosimètre rotatif.

MT 22 Viscosité, cinématique (adaptée aux produits newtoniens).

Critères

Les limites dépendent habituellement du produit.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

(vii) Propriété de la solution et dissolution

4.5.61 Acidité et/ou alcalinité ou pH

Objectif

Pour réduire au minimum la décomposition potentielle du principe actif, la détérioration des propriétés physiques de la formulation, ou le potentiel de corrosion du récipient.

Applicabilité

Spécifications pour tout matériel où les réactions indésirables auraient lieu en présence de trop d'acide ou d'alcali.

Méthodes

MT 31.1 Acidité libre ou alcalinité;

MT 191 Acidité libre ou alcalinité de formulations, la méthode préférée pour l'acidité ou l'alcalinité;

MT 75.3 Détermination des valeurs de pH.

Critères

Il ne peut pas être donné de limites générales.

L'acidité et l'alcalinité doivent être exprimées en g/kg de H₂SO₄ et NaOH, quelle que soit la nature des espèces acides ou alcalines présentes.

Le pH doit être exprimé en un éventail avec des limites supérieures et inférieures.

Commentaire

Cette clause doit être justifiée par l'auteur de la proposition. Par exemple, elle sera justifiée lorsque la dégradation de l'acide ou le principe actif catalysé se produit mais pas si le principe actif et la formulation sont stables dans une large gamme de valeurs de pH.

4.5.62 Miscibilité avec de l'huile hydrocarbonée

Objectif

S'assurer que, lorsqu'une formulation est diluée avec de l'huile, on obtient un mélange homogène.

Applicabilité

Toute spécification pour une formulation destinée à être diluée avec de l'huile avant de l'utiliser (par exemple OL).

Méthode

MT 23 Miscibilité avec l'huile hydrocarbonée.

Condition

Il ne peut pas être donné de limites générales.

4.5.63 **Dissolution de sacs solubles dans l'eau**

Objectif

S'assurer que les formulations emballées dans des sacs solubles dans l'eau, lorsqu'ils sont dispersés ou dissous, ne vont pas bloquer les filtres ou les tuyaux de l'équipement d'application.

Applicabilité

Toutes les formulations emballées dans des sacs solubles dans l'eau.

Méthode

MT 176 Taux de dissolution des sacs solubles dans l'eau.

Condition

Un chiffre adapté peut être un maximum de 30 secondes.

4.5.64 **Degré de dissolution et/ou stabilité de la solution**

Objectifs

Veiller à ce que: (i) les formulations solubles dans l'eau se dissolvent facilement et, lorsqu'elles sont diluées, produisent des solutions stables sans précipitation, floculation, etc.; (ii) les concentrés solubles produisent des solutions stables à la dilution.

Applicabilité

Spécifications pour toutes les formulations solubles dans l'eau.

Méthodes

MT 179.1 Degré de dissolution et stabilité de la solution;

MT 41.1 Stabilité de la dilution;

MT 196 Propriétés de solution des formulations ST.

Critères

Maximum 2% retenu sur un tamis de 75 µm.

Trace de sédiment après 30 mn (MT 41.1)

Commentaire

MT 179.1 a été testée pour les granulés solubles dans l'eau (SG), mais le CIPAC a convenu qu'elle était également applicable aux poudres solubles dans l'eau (SP). MT 41.1 s'applique aux solutions aqueuses en général.

4.6 **Stabilité au stockage**

4.6.1 **Stabilité à 0 °C**

Objectif

S'assurer que les propriétés des formulations ne sont pas affectées de façon négative par le stockage durant les périodes froides, en ce qui concerne les propriétés de dispersion et des particules.

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

Applicabilité

Spécifications pour les formulations liquides.

Méthode

MT 39.3 Stabilité à basse température des formulations liquides.

Critères

Après stockage à 0 ± 2 °C pendant 7 jours, la formulation doit continuer à être conforme aux conditions des clauses appropriées pour la dispersion initiale, la stabilité de l'émulsion ou de la suspension, et le test du tamis humide. La quantité maximale permise normale de solide et de liquide séparé est de 0,3 ml.

Commentaires

Les principaux problèmes de stockage à basse température sont liés à la précipitation ou à la séparation de phases liquides. Les propriétés initiales de la formulation doivent être restaurées par réchauffement et mélange, autrement l'application sur le terrain pourrait ne pas être satisfaisante. Le test peut être effectué à une température inférieure, si nécessaire et si l'acheteur et le vendeur sont d'accord.

Dans certains cas (par ex. CS), il peut être important d'évaluer l'effet des cycles de gel et de dégel sur la formulation. Des effets néfastes sur la rétention du principe actif en capsule peuvent se produire.

La méthode MT 39.3 est appropriée pour des formulations constituées d'une solution d'un pesticide dans de l'eau ou un solvant organique (par ex., les concentrés en solution et les concentrés émulsifiables). Elle peut être utilisée pour certaines formulations liquides qui consistent en une dispersion dans une phase continue aqueuse ou non aqueuse, mais, dans ces cas, l'applicabilité de la méthode doit être établie avant la clause et des limites reposer sur elle.

La stabilité à 0 °C doit être considérée pour les formulations microbiennes seulement dans les cas où le stockage au froid peut affecter négativement la stabilité physique de la formulation ou l'activité biologique des micro-organismes.

4.6.2 **Stabilité à des températures élevées**

Objectif

S'assurer que les propriétés des formulations ne soient pas affectées négativement par le stockage à haute température, et fournir des moyens pour une prédiction précoce de leur stabilité au stockage à long terme à température plus modérée, par rapport à la teneur en ingrédient actif (et une éventuelle augmentation consécutive en impuretés pertinentes) et certaines propriétés physiques.

Applicabilité

Spécifications pour toutes les formulations de types de formulation sans stockage à température élevée avec les critères recommandés pour le

produit (par ex. pour les produits biologiques à base de micro-organismes).

Méthode

Méthode MT 46.3 Procédure de stockage accélérée.

Note: MT 46.3 n'a pas pour but de tester les produits à base de micro-organismes comme les bactéries ou les champignons, qui ne sont pas compatibles avec le stockage à température élevée. Dans ces cas, les critères d'entreposage recommandés pour le produit doivent être respectés.

Critères

Après stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours, la formulation doit continuer à se conformer aux conditions indiquées dans les clauses appropriées à la teneur en principe actif, impuretés pertinentes et paramètres physiques pertinents.

La teneur en principe actif moyenne ne doit pas baisser à moins de 95 pour cent de la teneur moyenne mesurée avant le test, et les propriétés physiques pertinentes ne doivent pas changer dans une mesure susceptible de nuire à l'application et/ou la sécurité.

Lorsque la formulation ne convient pas, n'est pas destinée à être utilisée dans les climats chauds et est affectée négativement par une température très élevée, les conditions d'essai peuvent être modifiées. Il peut être nécessaire d'éviter les températures supérieures à 50 °C lorsque la formulation est emballée dans des sacs solubles dans l'eau, ce qui peut également être le cas avec certains insecticides ménagers, comme les aérosols (AE).

Les conditions alternatives sont: 4 semaines à 50 ± 2 °C, 6 semaines à 45 ± 2 °C; 8 semaines à 40 ± 2 °C, 12 semaines à 35 ± 2 °C ou 18 semaines à 30 ± 2 °C.

Commentaires

Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test MT 46.3 peuvent être analysés en même temps, après le test, afin de réduire l'erreur d'analyse.

Des informations complémentaires doivent être fournies si la dégradation du principe actif est supérieure à 5 pour cent ou qu'une propriété physique est affectée négativement. Par exemple, les produits de dégradation doivent être identifiés et quantifiés. Dans les formulations avec des concentrations de 1 pour cent ou moins, il peut y avoir des problèmes d'analyse pour identifier les produits de dégradation qui peuvent être à niveau de 0,05% seulement. Dans de tels cas, les éléments de preuves disponibles et les arguments scientifiques sur les produits de dégradation probables doivent être fournis.

Les étiquettes des formulations doivent indiquer la date de mise sur le marché (mois et année) du lot. La date indiquée sur l'étiquette doit être la date de mise sur le marché à partir de laquelle le fournisseur garantit la qualité de la formulation. Le terme « de mise sur le marché » doit être

4. Buts, applicabilité, et exigences des clauses, suite

utilisé plutôt que « date de formulation », ce qui peut conduire à la confusion entre le fournisseur et l'acheteur (voir aussi les Directives de la FAO sur les bonnes pratiques d'étiquetage, édition révisée, 2015).

Les formulations de pesticides chimiques, à la différence des pesticides biologiques, peuvent généralement continuer à être utilisées de façon satisfaisante après stockage pendant au moins 2 ans à compter de la date de mise en distribution sur l'emballage d'origine fermé, à condition qu'elles aient été stockées conformément aux instructions données sur l'étiquette. L'information sur la stabilité au stockage de la formulation doit être indiquée sur l'étiquette si la durée de vie prévue est inférieure à 2 ans.

La FAO et l'OMS ne recommandent généralement pas le stockage des formulations au-delà de 2 années et les spécifications ne sont pas conçues pour s'appliquer à des périodes de stockage plus longues. Quand une formulation a été soumise à un stockage prolongé ou à des conditions défavorables pendant le stockage, une analyse et des tests sont recommandés afin d'évaluer si elle peut encore être utilisée.

Pour certains produits, par ex., LN (moustiquaires insecticides à longue durée), une durée de vie plus longue peut être nécessaire. Si un fabricant revendique une plus longue durée de vie de son produit, il doit fournir des données qui démontrent que le produit reste conforme aux spécifications pour une plus longue période.

La vitesse à laquelle les produits sont soumis à des modifications chimiques et/ou physiques dépend de la nature du ou des ingrédients actifs, de la formulation, de l'emballage, et des conditions de stockage. Le produit reste apte à l'emploi tant que les changements n'affectent pas l'application, la performance biologique, ou la sécurité des opérateurs, des consommateurs ou de l'environnement. Toutefois, ces effets indésirables ne peuvent être évalués régulièrement par l'acheteur et, à l'exception des produits biologiques, le test de stockage à température élevée fournit un moyen économique pour démontrer qu'ils ne devraient pas se produire si le produit est conservé selon les recommandations de l'étiquette.

Les cinétiques de réaction (équation d'Arrhenius) ne sont pas linéaires en ce qui concerne la température et donc la conservation à température constante t °C est différente au stockage à des températures variables avec une moyenne arithmétique de t °C. L'estimation des températures moyennes de l'air/de surface est problématique, même si des mesures précises des maxima et minima quotidiens sont disponibles. De plus, la partie principale du produit n'est généralement pas soumise aux extrêmes de température atteints par l'emballage. Par conséquent, le calcul de l'impact d'un système de stockage particulier sur la stabilité d'un produit peut être trompeur. Le test recommandé de stabilité au stockage, aux conditions recommandées pour le stockage, devrait fournir un indicateur plus fiable.

La clause de stabilité à température élevée fournit des limites pour la teneur en principe actif et les propriétés physiques du produit. Il est

généralement admis que des écarts de $\pm 10\%$ de la teneur¹ nominale en principe actif d'un pesticide chimique ne peuvent pas influencer de manière significative la performance biologique. Lorsque le principe actif est inévitablement soumis à la dégradation au cours du stockage recommandé, un excédent de $\leq 10\%$ de la teneur nominale peut être appliqué pour compenser la dégradation. Autrement, une limite $< 95\%$ de la teneur en principe actif après le test de stabilité au stockage peut être proposée. Dans les deux cas, le fabricant sera généralement invité à fournir des éléments de preuve pour satisfaire les conditions requises.

Un examen plus approfondi des questions relative à la durée de conservation et la stabilité au stockage est fourni dans la monographie technique de CropLife international n° 17, *Guidelines for Specifying the Shelf Life of Plant Protection Products* (Directives pour spécifier la durée de conservation des produits phytopharmaceutiques) (juin 2009)². Consultez également le Code de conduite international pour la gestion des pesticides (FAO et OMS, 2014)³.

¹ A ne pas confondre avec les tolérances standards indiquées dans le tableau de la Section 4.3.2, qui ne comprend pas la réduction pour dégradation ou excédent.

² Accessible sur le site internet de CropLife International <http://www.croplife.org> (Octobre 2015)

³ Accessible sur le site internet de la FAO.
<http://www.fao.org/agriculture/crops/thematic-sitemap/theme/pests/code/en/> (Octobre 2015)

5. DIRECTIVES POUR LES SPÉCIFICATIONS SUR LES MATÉRIAUX TECHNIQUES ET LES CONCENTRÉS TECHNIQUES (à l'exception des TK microbiens¹)

Introduction

Un matériel technique (TC) est un ingrédient actif isolé (autant que possible) à partir des matériaux de départ, solvants, etc., utilisés pour le produire. Le procédé d'isolement peut être simple, par exemple la filtration et le séchage du précipité, ou relativement complexe. Un TC peut être préparé à partir d'un TK mais il peut également être dilué, avec ou sans conversion en un sel ou autre dérivé, pour préparer un TK. Un TC est formulé avant utilisation en tant que pesticide et un sel ou autre dérivé peut être formé durant le processus de formulation. Un TC est commercialisé entre les fabricants et les formulateurs.

Un prémélange (TK) peut être un ingrédient actif qui n'a pas été isolé à partir des matériaux, des solvants, etc., utilisés pour le produire, ou il peut être un TC un peu dilué, destiné à être utilisé dans la préparation de formulations. Dans certains cas, il est nécessaire ou avantageux de fabriquer des formulations à partir d'un prémélange (TK), plutôt que d'un TC. Par exemple, le principe actif peut être instable dans une forme pure ou un procédé d'isolement peut présenter un coût inutile et être complexe, surtout si la seule impureté éliminée est de l'eau. Un sel ou autre dérivé peut être formé durant le processus de formulation ou dans la préparation de TK.

Lorsqu'un TC/TK est destiné à être appliqué par l'utilisateur final, il doit répondre aux spécifications de formulation appropriées à son état physique.

Si cela est nécessaire, les matériaux TC et TK peuvent généralement être retravaillés par les fabricants, pour assurer la conformité avec les spécifications avant la formulation, et donc les clauses de stabilité au stockage ne sont pas incluses dans ces spécifications.

Les spécifications des TC et TK peuvent aussi sembler très simples car très peu de propriétés physiques sont susceptibles d'affecter la stabilité et la performance du principe actif sous cette forme. La simplicité des spécifications TC/TK peut sembler contraster avec le volume de données évaluées pour les soutenir, mais il faut se rappeler que les spécifications TC/TK forment le point de départ pour toutes les spécifications de formulation.

Le terme « matière active de qualité technique » est utilisé dans ce manuel comme un terme générique, se référant à la fois à TC et TK.

¹ Pour toute information sur les spécifications pour les pesticides microbiens, voir la Section 9.

5.1 MATÉRIELS TECHNIQUES (TC)

Note pour la préparation de projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ni insérer de clauses supplémentaires ou des limites qui sont plus permissives que celles données dans les directives, sans se référer à la Section 4. N'incorporer dans les « Notes » fournies à la fin de cette directive, que celles qui sont applicables aux spécifications particulières.

MATÉRIEL TECHNIQUE..... [nom commun ISO]

[numéro CIPAC]/TC (mois et année de la publication)

5.1.1 *Description*

Le produit se compose de [nom commun ISO] ainsi que des impuretés de fabrication connexes, sous la forme de (voir Section 4.2), et sera [description physique] exempt de matières étrangères visibles et d'agents modificateurs ajoutés à l'exception des stabilisants, si nécessaire.

5.1.2 *Ingrédient actif*

5.1.2.1 **Tests d'identité** (Note 1)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

5.1.2.2 **Teneur [nom commun ISO]** (Note 1)

La teneur [nom commun ISO] doit être déclarée (pas moins deg/kg) et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas être inférieure à la teneur minimale déclarée.

5.1.2.3 **Toute autre clause pertinente** (Note 1), le cas échéant

Comme le ratio des isomères.

5.1.3 *Impuretés pertinentes*

5.1.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 2), le cas échéant

Maximum: g/kg.

5.1.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Notes 3 & 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

5.1.3.3 **Insolubles** (Notes 3 & 4), le cas échéant,

Maximum: g/kg.

5.1 Matériels techniques (TC), suite

5.1.4 **Propriétés physiques**

5.1.4.1 **Acidité** et/ou **alcalinité** (MT 191) (Note 3), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

5.1.4.2 **Autres clauses** (Notes 3 et 4), le cas échéant

Test du tamis, niveau de viscosité cinématique, gravité spécifique, etc.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalent. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, d'autres informations détaillées, avec les données appropriées de validation de la méthode, doivent être soumises à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 3 Clauses à inclure uniquement si elles sont appropriées au matériel.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage devra être choisie.

5.2 CONCENTRÉS TECHNIQUES (TK)

)

5.2 **CONCENTRÉS TECHNIQUES (TK)**

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

PRÉMÉLANGE..... [nom commun ISO]

[numéro CIPAC]/TK (mois et année de la publication)

5.2.1 **Description**

Le produit se compose de [nom commun ISO] ainsi que des impuretés de fabrication connexes, sous la forme de (voir Section 4.2), et sera [description physique] exempts de matières étrangères visibles et d'agents modificateur ajoutés à l'exception du diluant et du stabilisant, si nécessaire.

5.2.2 **Ingrédient actif**

5.2.2.1 **Tests d'identité** (Note 1)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

5.2.2.2 **Teneur en [nom commun ISO]** (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou, pour les liquides seulement, g/litre à 20 ± 2 °C), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

5.2.2.3 **Autres clause** (Note 1), le cas échéant

Comme le ratio des isomères.

5.2.3 **Impuretés pertinentes**

5.2.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 2), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 5.2.2.2.

5.2.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Note 3), le cas échéant

Maximum: g/kg.

5.2.3.3 **Insolubles** (Notes 3 & 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

5.2.4 Propriétés physiques

5.2.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3)
(Notes 3 & 4), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

5.2.4.2 Autres clauses (Note 4)

Test du tamis, niveau de viscosité cinématique, gravité spécifique, etc.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalent. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, d'autres informations détaillées, avec les données appropriées de validation de la méthode, doivent être soumises à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 3 Clauses à inclure uniquement si elles sont appropriées au matériel.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage devra être choisie.

6.1 Poudres dispersables (DP)

6. DIRECTIVES RELATIVES AUX SPÉCIFICATIONS CONCERNANT LES PRÉPARATIONS SOLIDES

FORMULATIONS SOLIDES POUR UTILISATION DIRECTE

- 6.1 Poudres pour poudrage (DP)
- 6.2 Poudres pour traitement des semences à sec (DS)
- 6.3 Granulés (GR)
- 6.4 Comprimés pour application directe (DT)

FORMULATIONS SOLIDES POUR DISPERSION

- 6.11 Poudres mouillables (WP et WP-SB)
- 6.12 Poudres pour poudrage dans l'eau pour le traitement humide des semences (WS)
- 6.13 Granulés dispersables dans l'eau (WG et WG-SB)
- 6.14 Comprimés dispersables dans l'eau (WT)
- 6.15 Granulés émulsionnables (EG)
- 6.16 Poudres émulsifiable (EP)

FORMULATIONS SOLIDES POUR DISSOLUTION

- 6.21 Poudres solubles dans l'eau (SP)
- 6.22 Poudres solubles dans l'eau pour les traitements de semences (SS)
- 6.23 Granulés solubles dans l'eau (SG)
- 6.24 Comprimés solubles dans l'eau (ST)

6.1 **POUDRES POUR POUDRAGE (DP)**

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] POUDRE DISPERSABLE

[numéro CIPAC]/DP (mois & année de publication)

6.1.1 **Description**

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que des charges et que de tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit se présenter sous la forme d'une poudre fine et fluide, exempte de toute matière étrangère visible et de grumeaux durs.

6.1.2 **Ingrédient actif**

6.1.2.1 **Tests d'identité** (Note 1)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.1.2.2 **Teneur en..... [nom commun ISO]** (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.1.3 **Impuretés pertinentes**

6.1.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 2), le cas échéant**

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.1.2.2

6.1.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Note 3)

Maximum: g/kg, s'il y a lieu.

6.1.4 **Propriétés physiques**

6.1.4.1 **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 3), le cas échéant,

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.1.4.2 Test du tamis sec (MT 170) (Note 4)

Maximum: 5% retenu dans un tamis d'essai de 75 µm. Pas plus de % (0.005 x X) % de la formulation doit être retenu dans un tamis d'essai dont la taille doit être spécifiée.

Autrement, pas plus de (0.005 x X) % de la masse de l'échantillon utilisé pour la détermination doivent présent comme ... [nom commun ISO] dans le résidu du tamis, où X est la teneur (g/kg) de ... [nom commun ISO] trouvée dans 6.1.2.2 (Note 5).

6.1.5 Stabilité au stockage

6.1.5.1 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 6), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 7) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.1.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.1.4.1),
- le test du tamis sec - le test du tamis sec (6.1.4.2),

le cas échéant.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 3 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 4 Méthode MT 170, ainsi que des méthodes d'analyse pertinentes pour le principe actif, voir Note 1.

Note 5 Si la formulation a une teneur déclarée de 40 g/kg (X) de [nom commun ISO] et que 20 g de l'échantillon sont utilisés dans le test, alors la quantité de [nom commun ISO] dans le résidu sur le tamis ne doit pas dépasser 0,040 g, à savoir (0,005 x 40) x 20 / 100 g.

Note 6 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 7 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

6.2 POUDRES POUR TRAITEMENT DES SEMENCES A SEC (DS)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

Les directives pour les formulations de traitement des semences ne s'appliquent pas aux formulations destinées au pelliculage et à l'enrobage des semences. Elles comprennent des clauses particulières, liées à leur mode d'utilisation, bien que certaines des méthodes de test correspondantes ne soient pas encore développées. L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure, mais cela n'entre pas dans la clause de spécification parce qu'aucune méthode d'essai ne s'applique à tous les types de semences. Pour éviter les effets indésirables, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter les semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées de la température et d'une humidité excessive.

POUDRES POUR TRAITEMENT À SEC [nom commun ISO] (Note 1)

[numéro CIPAC]/DS (mois et année de publication)

6.2.1 Description

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), conjointement avec des charges appropriées et tout autre agent de formulation nécessaire y compris des colorants (Note 1). Il doit se présenter sous la forme d'une poudre fine et fluide, sans matière étrangère visible ni grumeaux durs.

6.2.2 Ingrédient actif

6.2.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.2.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.2.3 Impuretés pertinentes

6.2.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.2.2.2.

6.2.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Note 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.2.4 Propriétés physiques

6.2.4.1 **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 4), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.2.4.2 **Test du tamis sec** (MT 170)

Si approprié, y % maximum de la formulation doit être retenu sur un tamis d'essai dont la taille de la maille doit être spécifiée.

Maximum: y % retenu sur un tamis de ... µm. Pas plus de (0,00y x X) % de la masse de l'échantillon utilisé pour la détermination doit être présente comme..... [nom commun ISO] dans le résidu sur le tamis, où X est la teneur (g/kg) en [nom commun ISO] trouvée en 6.2.2.2 (Notes 5 & 6).

6.2.4.3 **Adhérence aux semences** (MT 194)

Le fabricant doit déclarer un type représentatif de semences pour lequel la formulation destinée au traitement des semences est recommandée, le pourcentage minimum de [nom commun ISO] restant sur les semences après l'essai.

6.2.5 Stabilité au stockage

6.2.5.1 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 7), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 8) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.2.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.2.4.1),
- le test du tamis sec (6.2.4.2),
- l'adhérence aux semences (6.2.4.3),

le cas échéant.

Note 1 L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

La formulation est censée contenir un colorant ou un pigment qui colore de façon permanente la semence après le traitement (le rouge est recommandé) et ne peut pas être enlevé par un lavage à l'eau. Toutefois, le colorant/pigment peut, à des fins spéciales, être ajouté à un stade ultérieur. Dans certains pays, il peut y avoir une obligation légale à utiliser une couleur spécifique. La même couleur ne peut pas être utilisée pour la dénaturation des semences destinées à être utilisées dans les aliments pour animaux.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 Les méthodes à utiliser doivent être indiquées. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 MT 170, conjointement avec les méthodes d'analyse pertinentes pour le principe actif, voir Note 2.

Note 6 Par exemple, si le maximum permis sur le tamis est 5% (y) et si la formulation a une teneur déclarée de 400 g/kg de ...[nom commun ISO] et que 20 g de l'échantillon sont utilisés dans le test, alors la quantité de ...[nom commun ISO] dans le résidu sur le tamis ne doit pas dépasser 0,40 g, à savoir $(0,005 \times 400) \times 20 / 100 = 0,40$ g.

Note 7 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 8 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

6.3 GRANULÉS (GR)

Introduction

Ces spécifications sont destinées aux produits granulaires à appliquer sous forme sèche par des machines. Les granulés formulés sur les engrais disponibles dans le commerce comme charges n'en font pas partie, s'ils doivent être appliqués à la dose complète d'engrais.

Les granulés destinés à être utilisés dans la protection des cultures sont formulés de différentes manières en fonction des propriétés physico-chimiques du ou des principes actifs, du matériel de fabrication disponible et de la nature des charges utilisées. Cela peut conduire à des produits aux propriétés physiques différentes. En outre, une large gamme de matériel d'application existe dans les différentes parties du monde. Par conséquent, la mise en place de spécifications internationalement reconnues pour les granulés est relativement plus difficile que pour d'autres types de formulation.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni y insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

GRANULÉS [nom commun ISO]

[numéro CIPAC]/GR (mois et année de publication) (Note 1)

6.3.1 Description

Le produit se compose de granulés contenant du [nom commun ISO] technique, conformes aux exigences de la spécification de la FAO et de l'OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que des charges appropriées et tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sec, sans matière étrangère visible ni grumeaux durs, fluide, presque sans poussière ou essentiellement non poussiéreux et prévu pour une application par une machine.

6.3.2 Principe actif

6.3.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.3.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.3 Granulés (GR), suite

6.3.2.3 **Taux de libération** (pour les formulations à libération lente ou contrôlée), s'il y a lieu

Le taux de libération mesuré doit se conformer aux critères suivants:

.....

6.3.3 **Impuretés pertinentes**

6.3.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 3), le cas échéant**

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.3.2.2.

6.3.3.2 **Eau (MT 30.5)**, s'il y a lieu

Maximum: g/kg.

6.3.4 **Propriétés physiques**

6.3.4.1 **Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3) (Note 4)**, le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H_2SO_4 .

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.3.4.2 **Densité versée et tassée (MT 186)**, si requis

Densité versée: à g/ml.

Densité tassée: à g/ml.

6.3.4.3 **Granulométrie nominale (MT 170)**

La granulométrie nominale de la formulation doit être déclarée (Note 5). Normalement, le ratio entre la limite inférieure et la limite supérieure ne doit pas dépasser 1:4 (Note 6). Pas moins de 850 g/kg de la formulation doivent être dans la granulométrie nominale déclarée.

6.3.4.4 **Teneur en poussières (MT 171.1)**

La formulation doit avoir un taux maximal de poussières collectées de 30 mg avec la méthode gravimétrique ou un facteur de poussière maximum de 25 avec la méthode optique (Note 7).

6.3.4.5 **Résistance à l'attrition (MT 178)**

Minimum% de résistance à l'attrition.

6.3.4.6 **Taux de libération du principe actif**, le cas échéant

Applicable uniquement aux granulés à libération lente (GR), méthode d'essai appropriée non disponible.

6.3.5 **Stabilité au stockage**

6.3.5.1 **Stabilité à température élevée (MT 46.3)**

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 8), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 9) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.3.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.3.4.1),
- la teneur en poussières (6.3.4.4),
- la résistance à l'attrition (6.3.4.5),

le cas échéant.

-
- Note 1 Lorsque la spécification n'inclut pas certains types de granulés, ces exclusions doivent être mentionnées dans la description.
- Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.
- Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.
- Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage doit être sélectionnée.
- Note 5 par ex. 250 à 500 µm, 500 à 1 200 µm.
- Note 6 Des ratios plus élevés augmentent le risque de ségrégation et d'effets néfastes sur le débit. Ceci doit être vérifié avec l'équipement qui doit être utilisé. L'acheteur doit vérifier que la granulométrie nominale est adaptée à ses besoins, car des granulométries différentes peuvent affecter l'activité biologique.
- Note 7 La méthode optique de MT 171.1, montre généralement une bonne corrélation avec la méthode gravimétrique, et peut donc être utilisée comme alternative lorsque l'équipement est disponible. Lorsqu'il y a un doute sur la corrélation, il faut vérifier avec la formulation à tester. En cas de litige, la méthode gravimétrique doit être utilisée.
- Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 9 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

6.4 **COMPRIMÉS POUR APPLICATION DIRECTE (DT)**

Introduction

Les comprimés sont des solides préformés de forme et dimensions uniformes, généralement circulaires, avec des faces planes ou convexes, la distance entre les faces étant inférieure au diamètre. Leur taille et leur poids sont déterminés par les exigences en matière de fabrication et/ou d'utilisation. Les comprimés pour application directe (DT) sont prévus pour une application dans le champ (par ex. des rizières) sans dispersion préalable ou dissolution dans l'eau.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni y insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] COMPRIMÉS POUR APPLICATION DIRECTE

[numéro CIPAC]/DT (mois et année de publication)

6.4.1 **Description**

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que des charges et de tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit se présenter sous la forme de comprimés pour application directe. La formulation doit être sous forme de comprimés secs, intacts, fluides, et être exempte de matière étrangère visible.

6.4.2 **Principe actif** (Note 1)

6.4.2.1 **Tests d'identité** (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.4.2.2 **Teneur en..... [nom commun ISO]** (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.4.2.3 **Uniformité de la dose des comprimés**, le cas échéant

La teneur en [nom commun ISO], mesurée séparément dans ... comprimés, doit avoir un écart type relatif de pas plus de ...%.

6.4.3 **Impuretés pertinentes** (Note 1)

6.4.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum: % de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.4.2.2.

6.4.3.2 **Eau** (MT 30.5), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.4.4 **Propriétés physiques** (Note 1)

6.4.4.1 **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Notes 4, 5, 6 & 7), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.4.4.2 **Intégrité des comprimés** (Note 8)

Pas de comprimés fractionnés.

6.4.4.3 **Dureté du comprimé**, le cas échéant (méthode en cours d'examen)

Niveau de dureté:

6.4.4.4 **Degré d'attrition**, le cas échéant (MT 193, Note 9)

Degré maximal d'attrition:%.

6.4.5 **Stabilité au stockage** (Notes 1 et 10)

6.4.5.1 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours sans pression (Note 8), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 13) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.4.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.4.4.1),
- intégrité des comprimés (6.4.4.2),
- dureté des comprimés (6.4.4.3),
- degré d'attrition (6.4.4.4),

comme requis.

Note 1 Les sous-échantillons pour l'analyse sont préparés comme suit.

Prendre un comprimé entier (ou plusieurs comprimés entiers). Le ou les comprimés doivent être broyés et soigneusement mélangés pour fournir une poudre homogène, avant d'en peser une partie pour l'analyse.

6.4 Comprimés pour application directe (DT)

Les sous-échantillons pour les essais des propriétés physiques et de stabilité au stockage sont préparés comme suit.

- (a) Pour déterminer l'intégrité du comprimé (6.4.4.2), ou la stabilité au stockage (6.4.5.1), les comprimés ne doivent pas être fractionnés à cette fin avant le test.
- (b) Les comprimés peuvent être fractionnés pour fournir la taille de la portion d'essai requise pour les méthodes MT 191 et MT 75.3 et doivent être complètement désintégrés pour ces tests.
- (c) Pour déterminer l'intégrité du comprimé, un paquet entier de comprimés doit être utilisé.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 Si pertinent.

Note 5 Avant d'effectuer la méthode MT 75.3, il est nécessaire de laisser le (s) comprimés se désintégrer complètement dans un bécher de 250 ml contenant 50 ml d'eau utilisée pour le test de pH. Il peut être nécessaire d'agiter doucement.

Note 6 Les comprimés effervescents sont des comprimés qui intègrent un système effervescent.

Note 7 Cette clause n'est pas applicable aux comprimés effervescents, sauf si une forte dose d'acide est envisagée, pour aider à la dissolution ultérieure de la tablette et à la dispersion du principe actif.

Note 8 Observation visuelle seulement. Sauf indication contraire, au moins un paquet/emballage contenant plusieurs comprimés doit être inspecté.

Note 9 MT 193 de la CIPAC mesure l'attrition (la tendance à perdre du matériel en surface ou sur les bords suite aux impacts et aux frictions).

Note 10 Les tests de stabilité au stockage doivent être réalisés uniquement sur des comprimés intacts.

Note 11 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 12 Sans pression signifie que le test est effectué selon la méthode MT 46.3, mais qu'aucune pression n'est appliquée à l'échantillon au cours de son vieillissement.

Note 13 L'analyse de la formulation avant et après le test de stabilité au stockage doit être réalisée simultanément (par ex. après le stockage) afin de réduire l'erreur d'analyse.

6.11a POUDRES MOUILLABLES (WP)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] POUDRE MOUILLABLE

[numéro CIPAC]/WP (mois & année de publication)

6.11.1a Description

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), conjointement avec des charges et d'autres agents de formulation nécessaires. Il doit être sous la forme d'une poudre fine exempte de matière étrangère visible et de grumeaux durs.

6.11.2a Principe actif

6.11.2.1a Tests d'identité (Note 1)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.11.2.2a Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.11.3a Impuretés pertinentes

6.11.3.1a Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 2), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.11.2.2a

6.11.3.2a Eau (MT 30.5), s'il y a lieu

Maximum: g/kg.

6.11.4a Propriétés physiques

6.11.4.1a Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3) (Note 3), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

6.11a Poudres mouillables (WP)

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.11.4.2a **Test du tamis humide** (MT 185)

Maximum:% retenu dans un tamis d'essai de 75 µm.

6.11.4.3a **Suspensibilité** (MT 184) (Note 4)

Un minimum de% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.11.2.2 doit être en suspension après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Notes 5 et 6).

6.11.4.4a **Mousse persistante** (MT 47.3) (Note 7)

Maximum: ml après une minute.

6.11.4.5a **Mouillabilité** (MT 53.3)

La formulation doit être complètement mouillée en mn sans brassage.

6.11.5a **Stabilité au stockage**

6.11.5.1a **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 8), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 11) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.11.3.1a),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.11.4.1a),
- le test du tamis humide (6.11.4.2a),
- suspensibilité (6.11.4.3a),
- mouillabilité (6.11.4.5a),

comme requis.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 3 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage doit être sélectionnée.

Note 4 La formulation doit être testée aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés par le fournisseur, sous réserve que cela ne dépasse pas les conditions données dans la méthode MT 184.

Note 5 À moins qu'une autre température soit spécifiée.

Note 6 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la

détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du dosage chimique. En cas de litige, la méthode chimique sera la « méthode d'arbitrage ».

Note 7 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 9 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

6.11bPOUDRES MOUILLABLES DANS UN SAC ÉTANCHE SOLUBLE DANS L'EAU (WP-SB)

Introduction

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] POUDRE MOUILLABLE DANS UN SAC ÉTANCHE SOLUBLE DANS L'EAU (WP-SB)

(numéro CIPAC)/WP-SB (mois & année de publication)

6.11.1b Description

Le produit se compose d'un mélange homogène technique d'une quantité définie de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que de charges et autres agents de formulation nécessaires. Il doit se présenter sous la forme d'une poudre fine exempte de matière étrangère visible ni grumeaux durs, contenue dans un sac étanche soluble dans l'eau (Note 1).

6.11.2b Principe actif

6.11.2.1b Test d'identité (Notes 2 & 3)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.11.2.2b Teneur en..... [nom commun ISO] (Notes 2 & 3)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.11.3b Impuretés pertinentes (Note 2)

6.11.3.1b Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 2.2.

6.11.3.2b Eau (MT 30.5) (Note 5), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.11.4b **Propriétés physiques** (Note 2)

6.11.4.1b **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.11.4.2b **Mouillabilité** (MT 53.3)

La formulation doit être complètement mouillée mn sans brassage.

6.11.4.3b **Test du tamis humide** (MT 185)

Maximum:% retenu sur un tamis d'essai de 75 µm.

6.11.4.4b **Suspensibilité** (MT 184) (Notes 6 & 7)

La suspensibilité doit être testée sur une suspension contenant les poudres mouillables(WP) et le matériau du sac dans le ratio réel de l'application, préparé selon la procédure décrite à la Note 8.

Un minimum de% doit être en suspension après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 9).

6.11.4.5b **Mousse persistante** (MT 47.3) (Notes 10 & 11)

La mousse persistante doit être testée sur une suspension contenant les poudres mouillables (WP) et le matériau du sac dans le ratio réel de l'application dans de l'eau-étalon D CIPAC, préparée selon la procédure décrite à la Note 8.

Maximum: ml après une minute.

6.11.4.6b **Dissolution du sac** (MT 176) (Notes 2 & 12)

La dissolution du sac doit être testée sur un échantillon du sac vidé et nettoyé avec une proportion appropriée de poudres mouillables (WP) dans de l'eau-étalon D CIPAC selon la procédure décrite à la Note 8.

Temps d'écoulement de la suspension: maximum sec

6.11.5b **Stabilité au stockage**

6.11.5.1b **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Le paquet doit être enfermé dans un sachet, une boîte ou tout autre conteneur étanche à 54 °C pendant 14 jours (Notes 13 & 14). La teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 15) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.11.3.1b),
- acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.11.4.1b),

6.11b Poudres mouillables dans un sac étanche soluble dans l'eau (WP-SB)

- mouillabilité (6.11.4.2b),
- test du tamis humide (6.11.4.3b),
- suspensibilité (6.11.4.4b),
- mousse persistante (6.11.4.5b),
- dissolution du sac (6.11.4.6b),

Comme requis.

Aucun des sacs testés ne doit montrer de signes de fuite ou de rupture durant une manipulation normale, avant et après le stockage.

Note 1 Aux fins de tenue des registres, le suffixe « SB » doit être ajouté au code de la formulation (WP-SB).

Note 2 Sous-échantillonnage.

Poser le sac sur un banc et ouvrir avec précaution un côté du sac avec un cutter, en prenant soin de ne pas endommager les joints. Transférer le contenu du sac dans un flacon approprié. Ce matériau doit être utilisé pour effectuer les tests pour:

- l'identité du principe actif (6.11.2.1b),
- la teneur en principe actif (6.11.2.2b),
- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.11.3.1b),
- la teneur en eau (6.11.3.2b),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.11.4.1b),
- la mouillabilité (6.11.4.2b),
- le test du tamis humide (6.11.4.3b),
- la suspensibilité (6.11.4.4b),
- la mousse persistante (6.11.4.5b),
- la dissolution du sac (6.11.4.6b).

Le sac est alors ouvert sur trois côtés, complètement nettoyé de la poudre adhérente par brossage ou aspiration et pesé à 0,01 g près. Il doit être utilisé pour effectuer le test de dissolution (6.11.4.6b). Des aliquotes d'une solution aqueuse du matériau du sac doivent être utilisées dans les tests de suspensibilité (6.11.4.4b) et de mousse persistante (6.11.4.5b).

En cas de retard dans les tests ci-dessus, le sac doit être conservé dans un récipient étanche à l'eau (bouteille de verre ou équivalent) pour éviter tout changement dans ses propriétés.

Note 3 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 4 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage doit être sélectionnée.

Note 6 La formulation doit être testée aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés par le fournisseur, sous réserve que cela ne dépasse pas les conditions données dans la méthode MT 184.

Note 7 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse de principe actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du dosage chimique. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.

Note 8 La procédure pour ajouter le produit du sac à la solution pour les tests de suspensibilité et de mousse persistante doit être comme suit:

Préparer une solution mère du matériau du sac (1 mg/ml) en pesant environ un échantillon (n mg) du sac (en excluant les parties scellées) au mg près. Dissoudre l'échantillon en remuant dans l'eau-étalon utilisée pour les tests pour obtenir un volume final de n ml. Conserver la solution mère dans un flacon bouché avant l'utilisation.

Calculer le volume (V ml) de la solution mère du sac à ajouter à la suspension d'essai des granulés dispersables dans l'eau selon l'équation suivante:

$$V(\text{ml}) = X \times \frac{1000B}{W}$$

Où: B (g) = poids du sac vidé et nettoyé
W (g) = poids nominal du WP contenu dans le sac
X (g) = poids de l'échantillon de WP utilisé dans le test.

Note 9 À moins qu'une autre température soit spécifiée.

Note 10 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 11 La méthode CIPAC MT 47.2 publiée dans le Manuel F pour la détermination de la mousse persistante créée lorsque les formulations sont ajoutées à l'eau avant l'utilisation a été mise à jour et est devenue la MT 47.3. Cette nouvelle méthode a été acceptée comme une méthode CIPAC complète en 2013. En attendant la publication du Manuel, des copies de la méthode peuvent être obtenues sur le site Internet de la CIPAC, <http://www.cipac.org/index.php/methods-publications/pre-published-methods>.

Note 12 L'échantillonnage du sac pour le test de dissolution doit se faire comme suit:

Poser le sac vide nettoyé dans sa configuration d'origine (double couche). Délimiter puis couper un échantillon d'essais, comprenant une partie du joint supérieur (5 cm) et symétriquement inclure le joint vertical (10 cm). Si la taille du sac est inférieure à cette dimension, utiliser le sac entier.

Effectuer le test de dissolution immédiatement pour éviter toute modification de l'échantillon.

Note 13 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 14 Si des changements irréversibles dans les caractéristiques du matériau du sac sont connus pour se produire lors du stockage à des températures élevées, se référer à la Section 4.6.2 du présent manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 15 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

6.12 POUDRES DISPERSABLES DANS L'EAU POUR LE TRAITEMENT HUMIDE DES SEMENCES (WS)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

Les directives pour les formulations destinées au traitement des semences ne s'appliquent pas aux formulations destinées au pelliculage et à l'enrobage des semences. Elles comprennent des clauses particulières, liées à leur mode d'utilisation, bien que certaines des méthodes de test correspondantes ne soient pas encore développées. L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure, mais cela n'entre pas dans la clause de spécification parce qu'aucune méthode d'essai ne s'applique à tous les types de semences. Pour éviter les effets indésirables, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter les semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées de la température et de l'humidité excessives.

..... [nom commun ISO] POUDRES POUR POUDRAGE DANS L'EAU

POUR LE TRAITEMENT DES SEMENCES (Note 1)

[numéro CIPAC]/WS (mois & année de publication)

6.12.1 Description

Le produit se compose d'un mélange homogène de..... [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que des charges et tout autre agent de formulation nécessaire, y compris des colorants (Note 1). Il doit se présenter sous la forme d'une poudre fine exempte de matière étrangère visible ni grumeaux durs.

6.12.2 Ingrédient actif

6.12.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.12.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.12.3 Impuretés pertinentes

6.12.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.12.2.2.

6.12.3.2 Eau (MT 30.5) (Note 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.12.4 Propriétés physiques

6.12.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 4), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.12.4.2 Test du tamis humide (MT 185) (Note 5)

Maximum:% de la formulation doivent être retenus sur un tamis d'essais deµm.

6.12.4.3 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 6)

Maximum: ml après mn.

6.12.4.4 Mouillabilité (MT 53.3)

La formulation doit être complètement mouillée en mn sans brassage.

6.12.4.5 Adhérence aux semences (MT 194)

Le fabricant doit déclarer un type représentatif de semences pour lequel la formulation destinée au traitement des semences est recommandée, le pourcentage minimum de [nom commun ISO] restant sur les semences après l'essai.

6.12.5 Stabilité au stockage

6.12.5.1 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 7), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 8) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.12.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.12.4.1),
- le test du tamis humide (6.12.4.2),
- l'adhérence aux semences (6.12.4.5),

comme requis.

Note 1 L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

La formulation est censée contenir un colorant ou un pigment qui colore de façon permanente la semence après le traitement (le rouge est recommandé). Toutefois, le colorant/pigment peut, à des fins spéciales, être ajouté à un stade ultérieur. Dans certains pays, il peut y avoir une obligation légale à utiliser une couleur spécifique. La même couleur ne peut pas être utilisée pour la dénaturation des semences destinées à être utilisées dans les aliments pour animaux.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 Ce test doit détecter les grosses particules ou les matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le matériel d'application.

Note 6 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 7 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 8 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

6.13a GRANULÉS DISPERSABLES DANS L'EAU (WG)

Introduction

Les granulés dispersables dans l'eau sont destinés à être appliqués après désintégration et dispersion dans l'eau avec un équipement de pulvérisation conventionnel.

Les WG sont formulés dans de nombreuses manières différentes selon les propriétés physico-chimiques du principe actif et de l'équipement de fabrication disponible. Cela peut conduire à des produits de différentes apparences et de différentes gammes granulométriques. Des produits avec une large gamme granulométrique peuvent donner lieu à une certaine ségrégation dans les récipients. Toutefois, comme le mélange à partir duquel sont formés les WG est homogène, il est possible de permettre une plus large gamme granulométrique que celle généralement utilisée pour les WG.

Afin de vérifier les propriétés de WG selon une spécification donnée, il est essentiel que l'échantillon prélevé soit représentatif. Une méthode de préparation de l'échantillon des WG existe (MT 166 CIPAC: « Préparation des échantillons pour la détermination analytique des WG ») qui doit être appliquée.

Lorsque le matériau est emballé dans des sacs étanches solubles dans l'eau, des échantillons de sacs intacts pour l'analyse et les tests doivent être prélevés d'un conteneur commercial *fraîchement* ouvert, si possible.

Les propriétés spécifiées dans cette directive sont considérées comme essentielles pour une bonne performance sur le terrain. En plus des propriétés généralement examinées pour les WP, s'ajoute la dispersibilité dans l'eau, la teneur en poussières, et les propriétés de fluidité.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] GRANULÉS DISPERSABLES DANS L'EAU (WG)

(numéro CIPAC)/WG (mois & année de publication)

6.13.1a Description

Le produit se compose d'un mélange homogène..... [nom commun ISO] technique, conforme aux conditions de la spécification de la FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), avec les charges et tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous forme de granulés (Note 1) pour application après désintégration et dispersion dans l'eau. La formulation doit être sèche, fluide, presque sans poussière ou essentiellement non poussiéreuse, exempte de toute matière étrangère visible et de grumeaux durs.

6.13a Granulés dispersables dans l'eau (WG)

6.13.2a **Ingédient actif**

6.13.2.1a **Tests d'identité** (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.13.2.2a **Teneur en..... [nom commun ISO]** (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.13.3a **Impuretés pertinentes**

6.13.3.1a **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.13.2.2.

6.13.3.2a **Eau** (MT 30.5) (Note 4)

Maximum: g/kg, s'il y a lieu.

6.13.4a **Propriétés physiques**

6.13.4.1a **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.13.4.2a **Mouillabilité** (MT 53.3) (Note 6)

La formulation doit être complètement mouillée en mn.

6.13.4.3a **Test du tamis humide** (MT 185)

Maximum:% retenu sur un tamis d'essai de 75 µm.

6.13.4.4a **Dispersibilité** (MT 174)

Dispersibilité: minimum% après 1 minute à mélanger.

6.13.4.5a **Suspensibilité** (MT 184) (Notes 7 & 9)

Un minimum de% doit être en suspension après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 10).

6.13.4.6a **Mousse persistante** (MT 47.3) (Note 9)

Maximum: ml après 1 minute.

6.13.4.7a Teneur en poussières (MT 171.1) (Note 10)

La formulation doit avoir une teneur maximale en poussières collectées de 30 mg avec la méthode gravimétrique ou un facteur de poussière maximum de 25 avec la méthode optique de MT 171.1.

6.13.4.8a Fluidité (MT 172.1)

Au moins% de la formulation doit passer à travers un tamis de 5 mm après avoir versé 20 gouttes sur le tamis (Note 11).

6.13.4.9a Résistance à l'attrition (MT 178.2)

Minimum:% de résistance à l'attrition.

6.13.5a Stabilité au stockage**6.13.5.1a Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 12), la teneur moyenne en principe actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 13) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.13.3.1a),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.13.4.1a),
- le test du tamis humide (6.13.4.3a),
- dispersibilité (6.13.4.4a),
- suspensibilité (6.13.4.5a),
- la teneur en poussières (6.13.4.7a),
- la résistance à l'attrition (6.13.4.9a),

comme requis.

Note 1 En fonction des conditions de fabrication, les WG peuvent avoir différentes formes et granulométries. Pour décrire des formulations spécifiques, il est recommandé que des informations sur la forme (par ex. forme irrégulière, presque sphérique, cylindrique...) soient ajoutées et la granulométrie nominale indiquée.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 Il peut y avoir des cas où une teneur minimale en eau doit être spécifiée.

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage doit être sélectionnée.

Note 6 La méthode à utiliser doit être indiquée, que ce soit en tournoyant ou non.

Note 7 La formulation doit être testée aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés par le fournisseur, sous réserve que cela ne dépasse pas les conditions données dans la méthode MT 184.

6.13a Granulés dispersables dans l'eau (WG)

Note 8 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.

Note 9 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 10 La mesure de la teneur en poussières doit être effectuée sur l'échantillon « tel que reçu » et, si possible, l'échantillon doit être prélevé d'un récipient récemment ouvert, en raison des changements dans la teneur en eau des échantillons qui peuvent influencer de manière significative la teneur en poussières. La méthode optique MT 171.1 indique généralement une bonne corrélation avec la méthode gravimétrique, et peut donc être utilisée comme une alternative lorsque l'équipement est disponible. Lorsque la corrélation n'est pas claire, elle doit être vérifiée avec la formulation à tester. En cas de litige, la méthode gravimétrique doit être utilisée.

Note 11 Fluidité (MT 172.1). La MT 46.3 (Section 3 - Formulations solides stockées sous pression) doit être utilisée pour le stockage.

Note 12 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 13 L'analyse de la formulation, avant et après le test de stabilité au stockage, doit être effectuée parallèlement (par ex. après le stockage) afin de réduire l'erreur d'analyse.

6.13b GRANULÉS DISPERSABLES DANS L'EAU DANS UN SAC ÉTANCHE SOLUBLE DANS L'EAU (WG-SB)

Introduction

Les granulés dispersables dans l'eau emballés dans un sac étanche soluble dans l'eau (WG-SB) sont prévus pour être appliqués après désintégration et dispersion dans l'eau par un équipement de pulvérisation conventionnel. Une quantité définie de granulés sont placés dans un sac fermé qui se dissout rapidement dans l'eau, permettant aux granulés de se désintégrer et de se disperser dans l'eau.

Les WG sont formulés dans de nombreuses manières différentes selon les propriétés physico-chimiques du principe actif et de l'équipement de fabrication disponible. Cela peut conduire à des produits de différentes apparences et de différentes gammes granulométriques. Des produits avec une large gamme granulométrique peuvent donner lieu à une certaine ségrégation dans les récipients. Toutefois, comme le mélange à partir duquel sont formés les WG est homogène, il est possible de permettre une plus large gamme granulométrique que celle généralement utilisée pour les GR.

Afin de vérifier les propriétés des WG selon une spécification donnée, il est essentiel que l'échantillon prélevé soit représentatif. Une méthode de préparation de l'échantillon des WG existe (MT 166 CIPAC: « Préparation des échantillons pour la détermination analytique du WG ») qui doit être appliquée.

Des échantillons de sacs intacts pour l'analyse et les tests doivent être prélevés d'un conteneur commercial *fraîchement* ouvert, si possible.

Les propriétés spécifiées dans cette directive sont considérées comme essentielles pour une bonne performance sur le terrain. En plus des propriétés généralement examinées pour les WP, s'ajoutent la dispersibilité dans l'eau, la teneur en poussières, les propriétés de fluidité et la résistance à l'attrition.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] GRANULÉS DISPERSABLES DANS L'EAU DANS UN SAC ÉTANCHE SOLUBLE DANS L'EAU

(numéro CIPAC)/WG-SB (mois & année de publication)

6.13.1b Description

Le produit se compose d'une quantité définie d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2) avec des charges et tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit se présenter sous la forme de granulés (Note 1), contenus dans un sac étanche soluble dans l'eau (Note 2), pour application après désintégration et dispersion dans l'eau. La formulation doit être sèche, fluide, presque sans

poussières ou essentiellement non poussiéreuse et exempte de matière étrangère visible et de grumeaux durs.

6.13.2b *Ingrédient actif*

6.13.2.1b Tests d'identité (Notes 3 & 4)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.13.2.2b Teneur en..... [nom commun ISO] (Notes 3 & 4)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.13.3b *Impuretés pertinentes* (Note 3)

6.13.3.1b Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 5), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 2.2.

6.13.3.2b Eau (MT 30.5) (Notes 6 & 7), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.13.4b *Propriétés physiques* (Note 3)

6.13.4.1b Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 7), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H_2SO_4 .

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.13.4.2b Mouillabilité (MT 53.3) (Note 8)

La formulation doit être complètement mouillée en min.

6.13.4.3b Test du tamis humide (MT 185)

Maximum:% retenu sur un tamis d'essai de 75 μm .

6.13.4.4b Dispersibilité (MT 174)

Dispersibilité: minimum% après une minute à mélanger.

6.13.4.5b Suspensibilité (MT 184) (Notes 9 & 10)

La suspensibilité doit être testée sur une suspension contenant le WG et le matériau du sac dans le ratio réel de l'application, préparé selon la procédure décrite à la Note 11.

Un minimum de% doit être en suspension après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 12).

6.13.4.6b Mousse persistante (MT 47.3) (Notes 13 & 14)

La mousse persistante doit être testée sur une suspension contenant le WG et le matériau du sac dans le ratio réel de l'application, préparé selon la procédure décrite à la Note 11.

Maximum: ml après une minute.

6.13.4.7b Teneur en poussières (MT 171.1) (Note 15)

Presque sans poussières ou essentiellement non poussiéreuse. La préparation doit avoir une teneur maximale en poussières collectées de 30 mg avec la méthode gravimétrique ou un facteur de poussière maximal de 25 avec la méthode optique.

6.13.4.8b Fluidité (MT 172.1)

Au moins% de la formulation doit passer à travers un tamis de 5 mm après avoir versé 20 gouttes sur le tamis.

6.13.4.9b Résistance à l'attrition (MT 178.2)

Minimum:% de résistance à l'attrition.

6.13.4.10b Dissolution du sac (MT 176) (Notes 3 & 17)

La dissolution du sac doit être testée sur un échantillon du sac vidé et nettoyé avec une proportion appropriée de WG dans de l'eau-étalon D CIPAC selon la procédure décrite à la Note 17.

Temps d'écoulement de la suspension: maximum sec.

6.13.5b Stabilité au stockage

6.13.5.1b Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Le paquet doit être enfermé dans un sachet, une boîte ou tout autre conteneur étanche à 54 °C pendant 14 jours (Notes 18 & 19). La teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 20) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.13.3.1b),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.13.4.1b),
- le test du tamis humide (6.13.4.3b),
- la dispersibilité (6.13.4.4b),
- la suspensibilité (6.13.4.5b),
- la mousse persistante (6.13.4.6b),
- la teneur en poussières (6.13.4.7b),
- la résistance à l'attrition (6.13.4.9b),
- la dissolution du sac (6.13.4.10b),

comme requis.

6.13b Granulés dispersables dans l'eau dans un sac étanche soluble dans l'eau (WG-SB)

Aucun des sacs testés ne doit montrer de signes de fuite ou de rupture pendant la manipulation normale, avant et après le stockage.

Note 1 En fonction des conditions de fabrication, les WG peuvent avoir différentes formes et granulométries. Pour décrire des formulations spécifiques, il est recommandé que des informations sur la forme (par ex. forme irrégulière, presque sphérique, cylindrique...) soient ajoutées et la granulométrie nominale indiquée.

Note 2 Aux fins de tenue des registres, le suffixe « SB » doit être ajouté au code de la formulation (WG-SB).

Note 3 Sous-échantillonnage.

Poser le sac sur un banc et ouvrir avec précaution un côté du sac avec un cutter, en prenant soin de ne pas endommager les joints. Transférer le contenu du sac dans un flacon approprié. Ce matériau doit être utilisé pour effectuer les tests pour:

- l'identité du principe actif (6.13.2.1b),
- la teneur en principe actif (6.13.2.2b),
- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.13.3.1b),
- la teneur en eau (6.13.3.2b),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.13.4.1b),
- la mouillabilité (6.13.4.2b),
- le test du tamis humide (6.13.4.3b),
- la dispersibilité (6.13.4.4b),
- la suspensibilité (6.13.4.5b),
- la mousse persistante (6.13.4.6b),
- la teneur en poussières (6.13.4.7b),
- la fluidité (6.13.4.8b),
- la résistance à l'attrition (6.13.4.9b),
- la dissolution du sac (6.13.4.10b).

Le sac est alors ouvert sur trois côtés, complètement nettoyé de la poudre adhérente par brossage ou aspiration et pesé à 0,01 g près. Il doit être utilisé pour effectuer le test de dissolution (6.13.4.10). Des aliquotes d'une solution aqueuse du matériel du sac doivent être utilisées dans les tests de suspensibilité (6.13.4.5b) et de mousse persistante (6.13.4.6b).

En cas de retard dans les tests ci-dessus, le sac doit être conservé dans un récipient étanche à l'eau (bouteille de verre ou équivalent) pour éviter tout changement dans ses propriétés.

Note 4 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 5 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 6 Il peut y avoir des cas où une teneur minimale en eau doit être spécifiée.

Note 7 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage doit être sélectionnée.

Note 8 La méthode à utiliser doit être indiquée, que ce soit en tournoyant ou non.

Note 9 La formulation doit être testée aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés par le fournisseur, sous réserve que cela ne dépasse pas les conditions données dans la méthode MT 184.

Note 10 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.

6.13b Granulés dispersables dans l'eau dans un sac étanche soluble dans l'eau (WG-SB), suite

Note 11 La procédure pour ajouter le matériel du sac à la solution pour les tests de suspensibilité et de mousse persistante doit être comme suit:

Préparer une solution mère du matériau du sac (1 mg/ml) en pesant environ un échantillon (n mg) du sac (en excluant les parties scellées) au mg près. Dissoudre l'échantillon en remuant dans l'eau-étalon utilisée pour les tests pour obtenir un volume final de n ml. Conserver la solution mère dans un flacon bouché avant l'utilisation.

Calculer le volume (V ml) de la solution mère du sac à ajouter à la suspension d'essai des granulés dispersables dans l'eau selon l'équation suivante:

$$V(\text{ml}) = \frac{X \times 1000B}{W}$$

Où: B (g) = poids du sac vidé et nettoyé

W (g) = poids nominal du WG contenu dans le sac

X (g) = poids de l'échantillon des WG utilisés dans le test.

Note 12 À moins qu'une autre température soit spécifiée.

Note 13 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 14 La méthode CIPAC MT 47.2 publiée dans le Manuel F pour la détermination de la mousse persistante créée lorsque les formulations sont ajoutées à l'eau avant l'utilisation a été mise à jour et est devenue la MT 47.3. Cette nouvelle méthode a été acceptée comme une méthode CIPAC complète en 2013.

Note 15 La mesure de la teneur en poussières doit être effectuée sur l'échantillon « tel que reçu » et, si possible, l'échantillon doit être prélevé d'un récipient récemment ouvert, en raison des changements dans la teneur en eau des échantillons qui peuvent influencer de manière significative la teneur en poussières. La méthode optique de MT 171.1 indique généralement une bonne corrélation avec la méthode gravimétrique, et peut donc être utilisée comme une alternative lorsque l'équipement est disponible. Lorsque la corrélation n'est pas claire, elle doit être vérifiée avec la formulation à tester. En cas de litige, la méthode gravimétrique doit être utilisée.

Note 16 L'échantillonnage du sac pour le test de dissolution doit se faire comme suit:

Poser le sac vide nettoyé dans sa configuration d'origine (double couche). Délimiter puis couper un échantillon d'essais, comprenant une partie du joint supérieur (5 cm) et symétriquement inclure le joint vertical (10 cm). Si la taille du sac est inférieure à cette dimension, utiliser le sac entier.

Effectuer le test de dissolution immédiatement pour éviter toute modification de l'échantillon.

Note 18 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 19 Si des changements irréversibles dans les caractéristiques du matériau du sac sont connus pour se produire lors du stockage à des températures élevées, se référer à la Section 4.6.2 du présent manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 20 L'analyse de la formulation, avant et après le test de stabilité au stockage, peut être effectuée parallèlement (par ex. après le stockage) afin de réduire l'erreur d'analyse.

6.14 **COMPRIMÉS DISPERSABLES DANS L'EAU (WT)**

Introduction

Les comprimés sont des solides préformés de forme et de dimensions uniformes, généralement circulaires, avec des faces planes ou convexes, la distance entre les faces étant inférieure au diamètre. Leur taille et leur poids sont déterminés par les exigences en matière de fabrication et/ou d'utilisation. Les comprimés pour dispersables dans l'eau (WT) sont prévues pour une application après désintégration et dispersion dans l'eau par un équipement conventionnel de pulvérisation

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] COMPRIMÉS DISPERSABLES DANS L'EAU

[numéro CIPAC]/WT (mois & année de publication)

6.14.1 **Description**

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification FAO/OMS [.....], sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que des charges et tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit se présenter sous forme de comprimés pour application après désintégration et dispersion dans l'eau. La formulation doit se présenter sous forme de comprimé sec, fluide et non-fractionné et exempte de toute matière étrangère visible.

6.14.2 **Principe actif** (Note 1)

6.14.2.1 **Tests d'identité** (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.14.2.2 **Teneur en..... [nom commun ISO]** (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.14.3 **Impuretés pertinentes**

6.14.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Notes 1 & 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.14.2.2.

6.14.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Note 4)

Maximum: ... g/kg.

6.14.4 **Propriétés physiques** (Note 1)

6.14.4.1 **Acidité** et/ou **alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Notes 4, 5 & 6), le cas échéant (non applicable aux comprimés effervescents)

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.14.4.2 **Temps de désintégration**

Comprimés effervescents uniquement (± méthode d'essai en cours d'élaboration) (Note 7).

Maximum: ... mn pour désintégration totale.

6.14.4.3 **Test du tamis humide** (MT 185)

Maximum: ... % retenu sur un tamis d'essai de 75 µm.

6.14.4.4 **Suspensibilité** (MT 184) (Notes 6 et 8)

Un minimum de ... % doit être en suspension (Note 9) après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 10).

6.14.4.5 **Mousse persistante** le cas échéant (MT 47.3) (Notes 6 & 11)

Maximum: ... ml après une minute.

6.14.4.6 **Intégrité des comprimés** (Note 12)

Pas de comprimés fractionnés

6.14.4.7 **Degré d'attrition**, le cas échéant (MT 193, Note 13)

Degré maximal d'attrition:%.

6.14.5 **Stabilité au stockage** (Note 1)

6.14.5.1 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 10) sans pression, la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 11) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.14.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.14.4.1),
- le temps de désintégration (6.14.4.2),

6.14 Comprimés dispersables dans l'eau (WT)

- le test du tamis humide (6.14.4.3),
- la suspensibilité (6.14.4.4),
- l'intégrité des comprimés (6.14.4.6),
- le degré d'attrition (6.14.4.7),

comme requis.

Note 1 Les sous-échantillons pour l'analyse sont préparés comme suit.

Prendre une tablette entière (ou plusieurs comprimés entières). La ou les comprimés doivent être broyées et soigneusement mélangées pour fournir une poudre homogène, avant d'en peser une portion pour l'analyse.

Les sous-échantillons pour les essais des propriétés physiques et de stabilité au stockage sont préparés comme suit.

- (a) Pour déterminer l'intégrité de la tablette (6.14.4.6), le temps de désintégration (6.14.4.2), ou la stabilité au stockage (6.14.5.1), la ou les comprimés ne doivent pas être fractionnés à cet effet, avant le test.
- (b) La ou les comprimés peuvent être fractionnés pour fournir la taille de la portion d'essai requise pour les méthodes CIPAC MT 191, MT 75.3, MT 47.3, MT 184 et MT 185 et doivent être complètement désintégrés pour ces tests.
- (c) Pour la détermination de l'intégrité des comprimés, un paquet entier de comprimés doit être utilisé.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage doit être sélectionnée.

Note 5 Si pertinent.

Note 6 Avant d'effectuer le test CIPAC, il est nécessaire de laisser la tablette se désintégrer complètement dans un bécher de 250 ml contenant 50 ml d'eau exigés par la méthode. Il peut être nécessaire d'agiter doucement.

Note 7 Les comprimés effervescents sont des comprimés qui intègrent un système effervescent.

Note 8 La formulation doit être testée aux taux d'utilisation les plus élevés et les plus bas recommandés par le fournisseur, sous réserve que cela ne dépasse pas les conditions données dans la méthode MT 184.

Note 9 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.

Note 10 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives. Les tests de la stabilité au stockage seront effectués uniquement sur des comprimés intacts.

Note 11 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 12 Observation visuelle seulement. Sauf indication contraire, au moins un paquet/emballage contenant plusieurs comprimés doit être inspecté.

Note 13 La MT 193 de la CIPAC mesure l'attrition (la tendance à perdre du matériel en surface ou sur les bords suite aux impacts et aux frictions).

Note 14 Sans pression signifie que le test est effectué selon la méthode MT 46.3, mais qu'aucune pression n'est appliquée à l'échantillon au cours de son vieillissement.

Note 15 L'analyse de la formulation, avant et après le test de stabilité au stockage, doit être effectuée parallèlement (par ex. après le stockage) afin de réduire l'erreur d'analyse.

6.15 GRANULÉS ÉMULSIONNABLES (EG)

Introduction

Un granulé émulsionnable dans l'eau est une formulation composée de granulés à appliquer en émulsion conventionnelle H/E du principe actif, soit solubilisée soit diluée dans un solvant organique, après désintégration et dissolution dans l'eau.

Les granulés émulsionnables dans l'eau comprennent un ou plusieurs ingrédients actifs, soit solubilisés soit dilués dans un solvant organique approprié qui sont absorbés dans une enveloppe polymère soluble dans l'eau ou un autre type de matrice soluble ou insoluble. La formulation peut contenir d'autres agents de formulation si nécessaire.

Les granulés émulsifiables dans l'eau sont traités d'une manière similaire aux granulés dispersables dans l'eau (WG) et les concentrés émulsifiables (EC) puisque tous deux se désintègrent et s'émulsionnent par dilution dans l'eau.

Les granulés émulsionnables dans l'eau sont traités de manière similaire aux granulés dispersables dans l'eau (WG) et aux concentrés émulsionnables (EC) puisqu'ils se désintègrent et s'émulsionnent par dilution dans l'eau.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] GRANULÉS ÉMULSIONNABLES

(numéro CIPAC)/EG (mois & année de publication)

6.15.1 Description

Le produit se compose de granulés (Note 1) contenant [nom commun ISO] technique, sous la forme de (voir Section 4.2), conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS, qui peut être dissout dans un solvant organique, conjointement avec d'autres agents de formulation appropriés. Le matériau doit être homogène et sec, fluide, exempt de matières étrangères visibles et de grumeaux durs et faire une émulsion lors de la dilution dans l'eau.

6.15.2 Ingrédient actif

6.15.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.15.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.15.3 Impuretés pertinentes**6.15.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Notes 2 & 3), le cas échéant

Maximum: % de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.15.2.2.

6.15.3.2 Eau (MT 30.5), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.15.4 Propriétés physiques**6.15.4.1 Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 4), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.15.4.2 Mouillabilité (MT 53.3) (Note 5)

La formulation doit être complètement mouillée en min.

6.15.4.3 Stabilité de la dispersion (MT 180)

La formulation, une fois diluée à 30 ± 2 °C avec des eaux étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après avoir laissé reposer la dispersion	Limites de stabilité
0 h	Dispersion initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml sédiment, maximum: ml
24 h	ré-dispersion complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml sédiment, maximum: ml

6.15.4.4 Test du tamis humide (MT 185) (Note 6)

Maximum: % retenu sur un tamis d'essai de 75 µm.

6.15.4.5 Teneur en poussières (MT 171.1)

La formulation doit avoir une teneur maximale en poussières collectées de 30 mg avec la méthode gravimétrique ou un facteur de poussière maximal de 25 avec la méthode optique.

6.15.4.6 Résistance à l'attrition (MT 178.2)

Minimum:% de résistance à l'attrition.

6.15.4.7 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 7)

Maximum ml après une minute.

6.15.4.8 Fluidité (MT172.1)

Au moins% de la formulation doit passer à travers un tamis de maille de 5 mm après avoir versé 20 gouttes sur le tamis.

6.15.5 Stabilité au stockage

6.15.5.1 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 8), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 9) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.15.3.1),
- acidité, alcalinité ou intervalle de pH (6.15.4.1),
- la stabilité de la dispersion (6.15.4.3),
- le test du tamis humide (6.15.4.4),
- la teneur en poussières (6.15.4.5),
- la résistance à l'attrition (6.15.4.6),

comme requis.

Note 1 En fonction du processus de fabrication, les granulés peuvent avoir différentes formes et granulométries. Pour décrire des formulations spécifiques, il est recommandé que la forme (par ex. forme irrégulière, presque sphérique, cylindrique...) et la granulométrie nominale soient indiquées.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes.

Note 4 En cas de dérives des valeurs du pH, la lecture sur le pH-mètre est considérée comme constante et valable si l'écart de la valeur est inférieur à 0,1 unité de pH sur une période de 10 mn (sans agiter).

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée, que ce soit en tournoyant ou non (MT 53.3.1 ou MT 53.3.2).

Note 6 Le test détectera les grosses particules qui pourraient provoquer le blocage des buses et des filtres.

Note 7 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 9 L'analyse de la formulation, avant et après le test de stabilité au stockage, doit être effectuée parallèlement (par ex. après le stockage) afin de réduire l'erreur d'analyse.

6.16 POUDRES ÉMULSIONNABLES (EP)

Introduction

Une poudre émulsionnable dans l'eau est appliquée sous forme d'émulsion conventionnelle huile dans eau du ou des ingrédients actifs après dispersion dans l'eau. Les ingrédients actifs peuvent être solubilisés ou dilués dans des solvants organiques.

Les poudres émulsionnables dans l'eau contiennent un ou plusieurs ingrédients actifs, solubilisés ou dilués dans des solvants organiques appropriés qui sont absorbés dans une poudre de polymère soluble dans l'eau ou un autre type de poudre soluble ou insoluble. La formulation peut contenir d'autres agents de formulation, le cas échéant.

Les poudres émulsionnables dans l'eau sont traitées d'une manière similaire aux poudres pour poudrage dans l'eau (WP), aux granulés émulsionnables (EG) et aux concentrés émulsionnables (CE), car elles se dispersent et émulsionnent lors de leur dilution dans l'eau.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] POUDRES ÉMULSIONNABLES

(numéro CIPAC)/EP (mois & année de publication)

6.16.1 Description

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), conjointement avec tout autre agent de formulation nécessaire. Le matériau doit être sec, fluide, exempt de matières étrangères visibles et de grumeaux durs et faire une émulsion lors de la dilution dans l'eau.

6.16.2 Principe actif

6.16.2.1 Tests d'identité (Note 1)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.16.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.16 Poudres émulsionnables (EP),

6.16.3 **Impuretés pertinentes**

6.16.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Notes 1 & 2), le cas échéant

Maximum: % de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.16.2.2.

6.16.3.2 **Eau** (MT 30.5), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.16.4 **Propriétés physiques**

6.16.4.1 **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.16.4.2 **Mouillabilité** (MT 53.3) (Note 3)

La formulation doit être complètement mouillée en min.

6.16.4.3 **Stabilité de la dispersion** (MT 180)

La formulation, une fois diluée à 30 ± 2 °C avec des eaux étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après avoir laissé reposer la dispersion	Limites de stabilité
0 h	Dispersion initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml sédiment, maximum: ml
24 h	ré-dispersion complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml sédiment, maximum: ml

6.16.4.4 **Test du tamis humide** (MT 185) (Note 4)

Maximum: % retenu sur un tamis d'essai de 75 µm.

6.16.4.5 **Mousse persistante** (MT 47.3) (Note 5)

Maximum: ml après une minute.

6.16.5 **Stabilité au stockage**

6.16.5.1 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 6), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le

stockage (Note 7) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.16.3.1),
- l'acidité, alcalinité ou intervalle de pH (6.16.4.1),
- la stabilité de la dispersion (6.16.4.3),
- le test du tamis humide (6.16.4.4),

comme requis.

-
- Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Les méthodes d'analyse pour les impuretés pertinentes doivent être validées par les pairs. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.
- Note 2 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes.
- Note 3 La méthode à utiliser doit être indiquée, que ce soit en tournoyant ou non (MT 53.3.1 ou MT 53.3.2).
- Note 4 Le test détectera les grosses particules qui pourraient provoquer le blocage des buses et des filtres.
- Note 5 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 6 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 7 L'analyse de la formulation, avant et après le test de stabilité au stockage, peut être effectuée parallèlement (par ex. après le stockage) afin de réduire l'erreur d'analyse.

6.21 **POUDRES SOLUBLES DANS L'EAU (SP)**

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] POUDRE SOLUBLE DANS L'EAU (SP)

[numéro CIPAC]/SP (mois & année de publication)

6.21.1 **Description**

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux spécifications de la FAO/OMS , sous la forme de..... (voir Section 4.2), ainsi que de tout autre adjuvant nécessaire. Il doit être sous la forme d'une poudre à appliquer comme vraie solution du principe actif après dissolution dans l'eau, mais qui peut contenir des ingrédients inertes insolubles.

Quand le produit est emballé dans des sacs étanches solubles dans l'eau, la description doit être la suivante (Note 1):

Le produit doit consister en une quantité définie de poudre soluble dans l'eau de [nom commun ISO], conforme aux exigences des spécifications FAO/OMS et....., sous la forme de (voir Section 4.2), contenu dans un sac étanche soluble dans l'eau.

6.21.2 **Ingrédient actif**

6.21.2.1 **Tests d'identité** (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.21.2.2 **Teneur en..... [nom commun ISO]** (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.21.3 **Impuretés pertinentes**

6.21.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.21.2.2.

6.21.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Note 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.21.4 Propriétés physiques**6.21.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3)**
(Note 4), le cas échéantAcidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.21.4.2 Mouillabilité (MT 53.3) (Note 5)

La formulation doit être complètement mouillée en mn sans brassage.

6.21.4.3 Degré de dissolution et stabilité de la solution (MT 179.1) (Note 6)

Résidu de la formulation retenu sur un tamis de 75 µm après dissolution dans de l'eau-étalon D CIPAC à 25 ± 5 °C (Note 7):

Maximum:% après 5 min.

Maximum:% après 24 heures.

6.21.4.4 Mousse persistante (MT 47.3)

Maximum: ml après mn (Note 8)

Dans le cas d'un emballage du sac soluble dans l'eau, les dispositions de la clause 6.21.6.3 doivent s'appliquer.

6.21.5 Stabilité au stockage**6.21.5.1 Stabilité à température élevée (MT 46.3)**

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 9), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 10) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.21.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.21.4.1),
- la mouillabilité (6.21.4.2),
- le degré de dissolution et stabilité de la solution (6.21.4.3),

comme requis.

Dans le cas d'un emballage du sac soluble dans l'eau, le paquet doit être enfermé dans un sachet une boîte ou tout autre récipient étanche à °C (Note 11) pendant jours. La teneur moyenne déterminée en ingrédient actif ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage, et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.21.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.21.4.1),
- la mouillabilité (6.21.4.2),

6.21 Poudres solubles dans l'eau (SP),

- la dissolution du sac (6.21.6.1),
- le degré de dissolution et stabilité de la solution (6.21.6.2),
- la mousse persistante (6.21.6.3),

comme requis.

Aucun des sacs testés ne doit montrer de signes de fuite ou de rupture pendant la manipulation normale, avant et après le stockage.

6.21.6 **Matériel emballé dans un sac scellé soluble à l'eau** (Notes 12, 13 & 14)

6.21.6.1 **Dissolution du sac** (MT 176)

La dissolution du sac doit être testée sur un échantillon du sac vidé et nettoyé dans de l'eau-étalon D CIPAC selon la procédure décrite dans la Note 13, avec une proportion appropriée de SP.

Temps d'écoulement de la suspension: maximum sec.

6.21.6.2 **Degré de dissolution et stabilité de la solution** (MT 179.1) (Note 6)

Le degré de dissolution et la stabilité de la solution doivent être testés sur une solution contenant le SP et le produit du sac dans le ratio réel de l'application, préparé selon la procédure décrite dans la Note 14.

Résidu de la formulation retenu sur un tamis d'essai de 75 µm après dissolution dans de l'eau-étalon D CIPAC à 25 ± 5 °C (Note 7).

Maximum:% après 5 min.

Maximum: % après 24 heures.

6.21.6.3 **Mousse persistante** (MT 47.3) (Note 8)

La mousse persistante doit être testée sur une solution contenant le SP et le sac dans le ratio réel de l'application, préparé selon la procédure décrite dans la Note 14.

Note 1 Aux fins de tenue des registres, le suffixe « SB » doit être ajouté au code de la formulation (SP-SB).

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage doit être sélectionnée.

Note 5 Un chiffre type est 1 minute.

Note 6 Ce test détectera les grosses particules qui proviennent des impuretés du matériel technique et/ou sont présentes comme ingrédients inertes, qui pourraient provoquer le blocage des buses ou des filtres dans le matériel d'application.

Note 7 À moins qu'une autre température et/ou eau soit spécifiée.

Note 8 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 9 À moins qu'une autre température et/ou eau soit spécifiée. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 10 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

Note 11 Si, du fait de changements irréversibles dans les caractéristiques du matériel du sac lorsqu'il est stocké à 50 °C, la température du test ne doit pas dépasser 45 °C, se référer à la Section 4.6.2 du présent Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 12 Sous-échantillonnage.

Poser le sac sur un banc et ouvrir avec précaution un côté du sac avec un cutter, en prenant soin de ne pas endommager les joints.

Transférer le contenu du sac dans un flacon approprié. Ce matériel doit être utilisé pour effectuer les tests pour:

- l'identité du principe actif (6.21.2.12.1),
- la teneur en ingrédient actif (6.21.2.2),
- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.21.3.1),
- la teneur en eau (6.21.3.2),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.21.4.1),
- la mouillabilité (6.21.4.2),
- la dissolution du sac (6.21.6.1),
- le degré de dissolution et stabilité de la solution (6.21.6.2),
- la mousse persistante (6.21.6.3),

comme requis.

Le sac est alors ouvert sur trois côtés, complètement nettoyé de la poudre adhérente par brosse ou aspiration et pesé au centigramme près. Il doit être utilisé pour effectuer le test de dissolution (6.21.6.1). Des aliquotes d'une solution aqueuse du matériel du sac doivent être utilisées dans les tests de suspensibilité (4,4) et de mousse persistante (4.5).

En cas de retard dans les tests ci-dessus, le sac doit être conservé dans un récipient étanche à l'eau (bouteille de verre ou équivalent) pour éviter tout changement dans ses propriétés.

Note 13 L'échantillonnage du sac pour le test de dissolution doit se faire comme suit:

« Poser le sac vide nettoyé dans sa configuration d'origine (double couche). Délimiter puis couper un échantillon d'essais, comprenant une partie du joint supérieur (5 cm) et symétriquement inclure le joint vertical (10 cm). »

Si la taille du sac est inférieure à cette dimension, utiliser le sac entier.

Effectuer le test de dissolution immédiatement pour éviter toute modification de l'échantillon.

Note 14 La procédure pour ajouter le produit du sac à la solution pour les tests du degré de dissolution, de suspensibilité et de mousse persistante doit être comme suit:

« Préparer une solution mère du matériau du sac (1 mg/ml) en pesant environ un échantillon de 100 mg (n mg) du sac (en excluant les parties scellées) au mg près. Dissoudre l'échantillon en remuant dans l'eau-étalon utilisée pour les tests pour obtenir un volume final de n ml. Conserver la solution mère dans un flacon bouché avant l'utilisation. »

Calculer le volume (V ml) de la solution mère du sac à ajouter à la suspension d'essai de la poudre soluble dans l'eau selon l'équation suivante:

6.21 Poudres solubles dans l'eau (SP),

$$V(\text{ml}) = X \times \frac{1000B}{W}$$

Où: B (g) = poids du sac vidé et nettoyé

W (g) = poids nominal de SP contenu dans le sac

X (g) = poids de l'échantillon de SP utilisé dans le test.

6.22 POUDRES SOLUBLES DANS L'EAU POUR LE TRAITEMENT DES SEMENCES (SS)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

Les directives pour les formulations de traitement des semences ne s'appliquent pas aux formulations destinées au pelliculage et à l'enrobage des semences. Elles comprennent des clauses particulières, liées à leur mode d'utilisation, bien que certaines des méthodes de test correspondantes ne soient pas encore développées. L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure, mais cela n'est pas l'objet de la clause de la spécification parce qu'aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter les effets indésirables, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter les semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées de la température et de l'humidité excessives.

..... [nom commun ISO] POUDRE SOLUBLE DANS L'EAU POUR LE TRAITEMENT DES SEMENCES (Note 1)

[numéro CIPAC]/SS (mois & année de publication)

6.22.1 Description

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), avec tout agent de formulation nécessaire, y compris les colorants (Note 1). Il doit se présenter sous la forme d'une poudre soluble dans l'eau, exempte de matière étrangère visible et de grumeaux durs.

6.22.2 Principe actif

6.22.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.22.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.22 Poudres solubles pour traitement des semences (SS)

6.22.3 **Impuretés pertinentes**

6.22.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.22.2.2.

6.22.4 **Propriétés physiques**

6.22.4.1 **Acidité** et/ou **alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 4), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.22.4.2 **Degré de dissolution et stabilité de la solution** (MT 179.1)

Résidu maximal après 5 min: %.

Résidu maximal après 24 h: %.

6.22.4.3 **Mousse persistante** le cas échéant (MT 47.3) (Note 5)

Maximum: ml après min.

6.22.4.4 **Adhérence aux semences** (MT 194)

Le fabricant doit déclarer un type représentatif de semences pour lequel la formulation destinée au traitement des semences est recommandée, le pourcentage minimum de [nom commun ISO] restant sur les semences après l'essai.

6.22.5 **Stabilité au stockage**

6.22.5.1 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 6), la teneur moyenne en ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 7) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.22.3.1),
- Le produit non soluble dans l'eau (6.22.3.2),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.22.4.1),
- le degré de dissolution et stabilité de la solution (6.22.4.2),
- l'adhérence aux semences (6.22.4.4)

comme requis.

Note 1 L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et

ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

La formulation est censée contenir un colorant ou un pigment qui colore de façon permanente la semence après le traitement (le rouge est recommandé). Toutefois, le colorant/pigment peut, à des fins spéciales, être ajouté à un stade ultérieur. Dans certains pays, il peut y avoir une obligation légale à utiliser une couleur spécifique. La même couleur ne peut pas être utilisée pour la dénaturation des semences destinées à être utilisées dans les aliments pour animaux.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 6 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 7 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

6.23 GRANULÉS SOLUBLES DANS L'EAU (SG)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] GRANULÉS SOLUBLES DANS L'EAU (SG)

(numéro CIPAC.....)/SG (mois & année de publication)

6.23.1 *Description*

Le produit se compose de granulés contenant [nom commun ISO] technique, conformes aux exigences de la spécification de FAO/OMS, sous la forme de..... (voir Section 4.2), et, le cas échéant, des charges appropriées et/ou des agents nécessaires. Il doit être homogène, exempt de matière étrangère visible et/ou de grumeaux durs, fluide, et presque sans poussière ou essentiellement non poussiéreux. Le principe actif doit être soluble dans l'eau. Les charges et les agents insolubles ne doivent pas interférer avec la conformité au paragraphe 6.23.4.2.

Lorsque le produit est emballé dans des sacs scellés solubles à l'eau, la description doit être comme suit (Note 1):

Le produit se compose d'une quantité définie de granulés solubles dans l'eau de..... [nom commun ISO], conformes aux exigences de la spécification FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), contenus dans un sac scellé soluble dans l'eau.

6.23.2 *Principe actif*

6.23.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.23.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.23.3 *Impuretés pertinentes*

6.23.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.23.2.2.

6.23.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Notes 4 et 5), le cas échéant

Maximum: g/kg.

6.23.4 **Propriétés physiques**

6.23.4.1 **Acidité** et/ou **alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.23.4.2 **Degré de dissolution et stabilité de la solution** (MT 179.1)

Résidu de la formulation retenu sur un tamis de..... µm après la dissolution dans de l'eau-étalon D CIPAC à 25 ± 5 °C (Note 6).

Maximum: % après 5 min.

Maximum: % après 24 h.

6.23.4.3 **Mousse persistante** (MT 47.3) (Note 7)

Maximum ml après une minute.

Dans le cas d'emballage du sac soluble dans l'eau, les dispositions de la clause 6.23.6.3 doivent s'appliquer.

6.23.4.4 **Teneur en poussières** (MT 171.1) (Note 8)

La formulation doit avoir un maximum de poussières collectées de 30 mg avec la méthode gravimétrique ou un facteur de poussière maximum de 25 avec la méthode optique.

6.23.4.5 **Résistance à l'attrition** (MT 178.2)

Minimum:% de résistance à l'attrition.

6.23.4.6 **Fluidité** (MT 172.1)

Au moins% de la formulation doit passer à travers un tamis de 5 mm après avoir versé 20 gouttes sur le tamis.

6.23.5 **Stabilité au stockage**

6.23.5.1 **Stabilité à des températures élevées** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 9), la teneur moyenne en principe actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 10) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.23.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.23.4.1),
- le degré de dissolution et stabilité de la solution (6.23.4.2),
- la teneur en poussières (6.23.4.4),

- la résistance à l'attrition (6.23.4.5),
comme requis.

Dans le cas d'un emballage du sac soluble dans l'eau, le paquet doit être enfermé dans un sachet, une boîte ou tout autre récipient étanche à °C (Note 12) pendant jours. La teneur moyenne déterminée en principe actif ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage, et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.23.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.23.4.1),
- la dissolution du sac (6.23.6.1),
- le degré de dissolution et stabilité de la solution (6.23.6.2),
- la mousse persistante (6.23.6.3),

comme requis.

Aucun des sacs testés ne doit montrer de signes de fuite ou de rupture durant une manipulation normale, avant et après le stockage.

6.23.6 **Matériel emballé dans un sac scellé soluble dans l'eau** (Notes 12, 13 & 14)

6.23.6.1 **Dissolution du sac** (MT 176)

La dissolution du sac doit être testée sur un échantillon du sac vidé et nettoyé dans de l'eau-étalon D CIPAC selon la procédure décrite dans la Note 13, avec une proportion appropriée de SG.

Temps d'écoulement de la suspension: maximum sec.

6.23.6.2 **Degré de dissolution et stabilité de la solution** (MT 179.1)

Le degré de dissolution et la stabilité de la solution doivent être testés sur une solution contenant le SG et le produit du sac dans le ratio réel de l'application, préparé selon la procédure décrite dans la Note 14.

Résidu de la formulation retenu sur un tamis d'essai de ... µm après dissolution dans de l'eau-étalon D CIPAC à 25 ± 5 °C (Note 6).

Maximum:% après 5 min.

Maximum: % après 24 heures.

6.23.6.3 **Mousse persistante** (MT 47.3) (Note 7)

La mousse persistante doit être testée sur une solution contenant le SG et le produit du sac dans le ratio réel de l'application, préparé selon la procédure décrite dans la Note 15.

Note 1 Aux fins de tenue des registres, le suffixe « SB » doit être ajouté au code de la formulation (SG-SB).

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données

appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 Le cas échéant, une teneur minimale en eau peut être spécifiée comme alternative, ou en plus, au maximum.

Note 6 À moins que d'autres températures ou eaux soient spécifiées.

Note 7 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être spécifiée au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 8 La méthode optique de MT 171.1 indique généralement une bonne corrélation avec la méthode gravimétrique, et peut donc être utilisée comme une alternative lorsque l'équipement est disponible. Lorsque la corrélation n'est pas claire, elle doit être vérifiée avec la formulation à tester. En cas de litige, la méthode gravimétrique doit être utilisée.

Note 9 À moins que d'autres températures ou eaux soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 10 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

Note 11 Si, du fait de changements irréversibles dans les caractéristiques du matériel du sac lorsqu'il est stocké à 50 °C, la température du test ne doit pas dépasser 45 °C, se référer à la Section 4.6.2 du présent Manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 12 Sous-échantillonnage.

Poser le sac sur un banc et ouvrir avec précaution un côté du sac avec un cutter, en prenant soin de ne pas endommager les joints.

Transférer le contenu du sac dans un flacon approprié. Ce matériel doit être utilisé pour effectuer les tests pour:

- l'identité du principe actif (6.23.2.1),
- la teneur en principe actif (6.23.2.2),
- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.23.3.1),
- la teneur en eau (6.23.3.2),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.23.4.1),
- la dissolution du sac (6.23.6.1),
- le degré de dissolution (6.23.6.2),
- la mousse persistante (6.23.6.3),

comme requis.

Le sac est alors ouvert sur trois côtés, complètement nettoyé de la poudre adhérente par broyage ou aspiration et pesé à 0,01 g près. Il doit être utilisé pour effectuer le test de dissolution (6.23.6.1). Des aliquotes d'une solution aqueuse du matériel du sac doivent être utilisées dans les tests du degré de dissolution, de stabilité de la suspension (6.23.6.2) et de mousse persistante (6.23.6.3). En cas de retard dans les tests ci-dessus, le sac doit être conservé dans un récipient étanche à l'eau (bouteille de verre ou équivalent) pour éviter tout changement dans ses propriétés.

Note 13 L'échantillonnage du sac pour le test de dissolution doit se faire comme suit:

Poser le sac vide nettoyé dans sa configuration d'origine (double couche). Délimiter puis couper un échantillon d'essais, comprenant une partie du joint supérieur (5 cm) et symétriquement inclure le joint vertical (10 cm). Si la taille du sac est inférieure à cette dimension, utiliser le sac entier.

6.24 Comprimés solubles dans l'eau (ST),

Effectuer le test de dissolution immédiatement pour éviter toute modification de l'échantillon.

Note 14 La procédure pour ajouter le produit du sac à la solution pour les tests du degré de dissolution, de la stabilité de la solution, et de la mousse persistante doit être comme suit:

« Préparer une solution mère du matériel du sac (1 mg/ml) en pesant environ un échantillon de 100 mg (n mg) du sac (en excluant les parties scellées) au mg près. Dissoudre l'échantillon en remuant dans l'eau-étalon utilisée pour les tests pour obtenir un volume final de n ml. Conserver la solution mère dans un flacon bouché avant l'utilisation. »

Calculer le volume (V ml) de la solution mère du sac à ajouter à la suspension d'essai de la poudre soluble dans l'eau selon l'équation suivante:

$$V(\text{ml}) = X \times \frac{1000B}{W}$$

Où: B (g) = poids du sac vidé et nettoyé
W (g) = poids nominal de SG contenu dans le sac
X (g) = poids de l'échantillon de SG utilisé dans le test.

6.24 COMPRIMÉS SOLUBLES DANS L'EAU (ST)

Introduction

Les comprimés sont des solides préformés de forme et de dimensions uniformes, généralement circulaires, avec des faces planes ou convexes, la distance entre les faces étant inférieure au diamètre. Leur taille et leur poids sont déterminés par les exigences en matière de fabrication et/ou d'utilisation. Les comprimés solubles dans l'eau (ST) sont prévues pour une application après dissolution dans l'eau par un équipement de pulvérisation conventionnel. Les ST contiennent un principe actif qui est totalement soluble dans l'eau aux concentrations d'utilisation.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] COMPRIMÉS SOLUBLES DANS L'EAU

[numéro CIPAC]/ST (mois & année de publication)

6.24.1 Description

Le produit se compose d'un mélange homogène de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), avec des charges et tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit se présenter sous la forme de comprimés à appliquer après dissolution dans l'eau, exempte de matière étrangère visible et de grumeaux durs. La formulation doit se présenter sous forme de comprimé sec, fluide et non-fractionné et exempte de toute matière étrangère visible.

6.24.2 Principe actif (Note 1)

6.24.2.1 Tests d'identité

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

6.24.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Notes 1 & 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg), et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

6.24 Comprimés solubles dans l'eau (ST),

6.24.3 **Impuretés pertinentes** (Note 1)

6.24.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum: % de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 6.24.2.2.

6.24.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Note 4)

Maximum: ... g/kg.

6.24.4 **Propriétés physiques** (Note 1)

6.24.4.1 **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Notes 4, 5 & 6), le cas échéant (non applicable aux comprimés effervescents)

Acidité maximale: g/kg calculée en H_2SO_4 .

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

6.24.4.2 **Temps de désintégration**

Comprimés effervescents uniquement (méthode en cours d'examen) (Note 6)

Maximum: ... mn pour une désintégration totale

6.24.4.3 **Degré de dissolution et stabilité de la solution** (MT 179.1) (Note 7)

Maximum: ... % retenu après 5 mn sur un tamis de 75 μm .

Maximum: ... % retenu après 24 h sur un tamis de 75 μm .

6.24.4.4 **Test du tamis humide** (MT 185) (Note 8)

Maximum: ... % retenu sur un tamis de 75 μm .

6.24.4.5 **Mousse persistante** (MT 47.3) (Notes 5 & 9)

Maximum: ... ml après une minute.

6.24.4.6 **Intégrité des comprimés** (Note 10)

Pas de comprimés fractionnés

6.24.4.7 **Degré d'attrition**, le cas échéant (MT 193, Note 11)

Degré maximal d'attrition:%.

6.24.5 **Stabilité au stockage** (Note 1)

6.24.5.1 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 12) sans pression (Note 13), la teneur moyenne en principe actif déterminée ne doit pas être inférieure à% par rapport à la teneur moyenne

déterminée découverte avant le stockage (Note 14) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (6.24.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (6.24.4.1),
- le temps de désintégration (6.24.4.2),
- le degré de dissolution et stabilité de la solution (6.24.4.3),
- le test du tamis humide (6.24.4.4),
- l'intégrité des comprimés (6.24.4.6),
- le degré d'attrition (6.24.4.7),

comme requis.

Note 1 Les sous-échantillons pour l'analyse sont préparés comme suit.

Prendre une tablette entière (ou plusieurs comprimés entiers). La ou les comprimés doivent être broyées et soigneusement mélangées pour fournir une poudre homogène, avant d'en peser une partie pour l'analyse.

Les sous-échantillons pour les essais des propriétés physiques et de stabilité au stockage sont préparés comme suit.

(a) Pour déterminer:

- l'intégrité de la tablette (6.24.4.5),
- le temps de désintégration (6.24.4.3),
- le degré de dissolution/stabilité de la solution (6.24.4.4),
- la stabilité au stockage (6.24.5.1),

les comprimés ne doivent pas être fractionnés à cette fin, avant le test.

(b) Les comprimés peuvent être fractionnés pour fournir la taille de la portion d'essai requises pour les méthodes CIPAC MT 191, MT 75.3 et MT 47.3 et doivent être complètement désintégrées pour ces tests.

(c) Pour déterminer l'intégrité de la tablette, un paquet entier de comprimés doit être utilisé.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 Avant d'effectuer le test CIPAC, il est nécessaire de laisser le comprimé se désintégrer complètement dans un bécher de 250 ml contenant 50 ml de l'eau requise par la méthode. Il peut être nécessaire d'agiter doucement.

Note 6 Les comprimés effervescentes sont des comprimés qui intègrent un système effervescent.

Note 7 LMT 179.1 exige que la formulation soit testée à la concentration d'utilisation la plus élevée recommandée, avec un minimum de 3 g dans un total de 250 ml. Néanmoins, pour évaluer le degré de dissolution, les comprimés ne doivent pas être fractionnés. Le nombre de comprimés entières utilisées doit donc être le plus proche possible de la concentration maximale recommandée (avec un minimum de 3 g). Pour les comprimés effervescentes, le cylindre ne doit pas être bouché ni inversé jusqu'à ce que l'effervescence ait cessé.

6.24 Comprimés solubles dans l'eau (ST),

Note 8 Pour le tamisage humide des comprimés effervescents, la dispersion obtenue dans le test pour le temps de désintégration (6.24.4.2) est directement versée à travers le tamis et rincée.

Note 9 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 10 Observation visuelle seulement. Sauf indication contraire, au moins un paquet/emballage contenant plusieurs comprimés doit être inspecté.

Note 11 MT 193 de la CIPAC mesure l'attrition (la tendance à perdre du matériel en surface ou sur les bords suite aux impacts et aux frictions).

Note 12 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 du présent Manuel pour les conditions de stockage alternatives. Les tests de la stabilité au stockage doivent être effectués uniquement sur des comprimés intacts.

Note 13 Sans pression signifie que le test est effectué selon la méthode MT 46.3 CIPAC, mais qu'aucune pression n'est appliquée à l'échantillon au cours de son vieillissement.

Note 14 L'analyse de la formulation, avant et après le test de stabilité au stockage, doit être effectuée parallèlement (par ex. après le stockage) afin de réduire l'erreur d'analyse.

7. DIRECTIVES RELATIVES AUX SPÉCIFICATIONS DES PRÉPARATIONS PESTICIDES LIQUIDES

SOLUTIONS SIMPLES

- 7.1 Concentrés solubles (SL)
- 7.2 Liquides pour traitement des semences (LS)
- 7.3 Liquides miscibles à l'huile (OL)
- 7.4 Liquides pour application à très bas volume (UL)
- 7.5 Formulation de gel pour application directe (GD)

SOLUTIONS POUR DISPERSION

- 7.11 Concentrés émulsionnables (EC)
- 7.12 Concentrés dispersables (DC)

ÉMULSIONS

- 7.21 Émulsions de type aqueux (EW)
- 7.22 Émulsions pour traitement des semences (ES)
- 7.23 Microémulsions (ME)

SUSPENSIONS

- 7.31 Suspensions concentrées (SC)
- 7.32 Suspensions concentrées pour traitement des semences (FS)
- 7.33 Suspensions de capsule (CS)
- 7.34 Suspensions concentrées huileuses (OD)

FORMULATIONS LIQUIDES À CARACTÈRES MULTIPLES

- 7.41 Suspension-émulsion aqueuse (SE)
- 7.42 Formulations mixtes de CS et SC (ZC)
- 7.43 Formulations mixtes de CS et EW (ZW)
- 7.44 Formulations mixtes de CS et SE (ZE)

7.1 **CONCENTRÉS SOLUBLES (SL)**

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] CONCENTRÉ SOLUBLE
[numéro CIPAC]/SL (mois & année de publication)

7.1.1 **Description**

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dissous dans les solvants appropriés, ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme d'un liquide transparent ou opalescent, exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles, à appliquer comme une vraie solution de la matière active dans l'eau.

7.1.2 **Principe actif**

7.1.2.1 **Tests d'identité** (Note 1)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.1.2.2 **Teneur** [nom commun ISO] (Notes 1 & 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C) et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.1.3 **Impuretés pertinentes**

7.1.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] content trouvée en 7.1.2.2.

7.1.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Notes 4 & 5), le cas échéant

Maximum: g/kg.

7.1.4 Propriétés physiques**7.1.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3)**
(Note 5), le cas échéantAcidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.1.4.2 Stabilité de la solution (MT 41.1)

La formulation, suite à la dilution (Note 6) avec de l'eau-étalon D CIPAC et demeurant à 30 ± 2 °C pendant 24 h, doit donner une solution transparente ou opalescente, exempte d'autre chose de plus qu'une trace de sédiments et de particules solides visibles. Tout sédiment visible ou particule produite doit passer par un test du tamis de 75 µm.

7.1.4.3 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 6)

Maximum: ml après 1 minute.

7.1.5 Stabilité au stockage**7.1.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)**Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.**7.1.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)**

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 7), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 8) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.1.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.1.4.1),
- la stabilité de la solution (7.1.4.2),

comme requis.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 Cette clause n'est pas appropriée pour les formulations formulées dans l'eau.

7.1 Concentrés solubles (SL),

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 6 La concentration utilisée dans l'essai doit correspondre au taux d'utilisation le plus élevé recommandé par le fournisseur. L'essai doit être mené dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 7 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 8 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.2 LIQUIDES POUR TRAITEMENT DES SEMENCES (LS)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

Les directives pour les formulations de traitement des semences ne s'appliquent pas aux formulations pour le pelliculage ou l'enrobage des semences. Elles incluent des clauses spéciales, relatives à leur mode d'utilisation, même si certaines des méthodes d'essai correspondantes n'ont pas encore été développées. L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

..... [nom commun ISO] LIQUIDES POUR LE TRAITEMENT DES SEMENCES (Note 1)

[numéro CIPAC]/LS (mois & année de publication)

7.2.1 Description

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dissous dans les solvants appropriés, ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire, y compris des colorants. Il doit être sous la forme d'un liquide transparent ou opalescent, exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles.

7.2.2 Principe actif

7.2.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.2.2.2 Teneur [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.2 Liquides pour traitement des semences (LS),

7.2.3 *Impuretés pertinentes*

7.2.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur [nom commun ISO] trouvée en 7.2.2.2.

7.2.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Notes 5 & 6), le cas échéant

Maximum: g/kg.

7.2.4 *Propriétés physiques*

7.2.4.1 **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 6), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.2.4.2 **Stabilité de la solution** (MT 41.1)

La formulation, suite à la dilution (Note 7) avec de l'eau-étalon D CIPAC et demeurant à 30 ± 2 °C pendant 24 h, doit donner une solution transparente ou opalescente, exempte d'autre chose de plus qu'une trace de sédiments et de particules solides visibles. Tout sédiment visible ou particule produite doit passer par un test du tamis de 45 µm.

7.2.4.3 **Adhérence aux semences** (MT 194)

Le fabricant doit déclarer un type représentatif de semences pour lequel la formulation destinée au traitement des semences est recommandée, le pourcentage minimum de [nom commun ISO] restant sur les semences après l'essai.

7.2.5 *Stabilité au stockage*

7.2.5.1 **Stabilité à 0 °C** (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.

7.2.5.2 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 8), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 9) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.2.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.2.4.1),
- la stabilité de la solution (7.2.4.2),
- l'adhérence aux semences (7.2.4.3),

comme requis.

-
- Note 1 L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.
- La formulation est censée contenir un colorant qui colore de façon permanente la semence après le traitement (le rouge est recommandé) et ne peut pas être enlevé par un lavage à l'eau. Dans certains pays, il peut y avoir une obligation légale à utiliser une couleur spécifique. La même couleur ne peut pas être utilisée pour la dénaturation des semences destinées à être utilisées dans les aliments pour animaux.
- Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.
- Note 3 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.
- Note 4 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.
- Note 5 Seulement pour les solutions non aqueuses.
- Note 6 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.
- Note 7 La concentration doit être dans la fourchette des concentrations recommandées dans les instructions d'utilisation. Le test de stabilité de la solution n'est pas applicable pour les LS qui sont utilisées sans dilution et la clause peut être supprimée.
- Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 9 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.3 LIQUIDES MISCIBLES À L'HUILE (OL)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] LIQUIDE MISCIBLE À L'HUILE

[numéro CIPAC]/OL (mois & année de publication)

7.3.1 *Description*

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles.

7.3.2 *Principe actif*

7.3.2.1 Tests d'identité (Note 1)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.3.2.2 Teneur [nom commun ISO] (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 2) et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.3.3 *Impuretés pertinentes*

7.3.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.3.2.2.

7.3.3.2 Eau (MT 30.5) (Note 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

7.3.4 *Propriétés physiques*

7.3.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3) (Notes 4 & 5), le cas échéant

7.3 Liquides miscibles à l'huile (OL), suite

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.3.4.2 Miscibilité avec les huiles hydrocarbonées (MT 23)

Si nécessaire, la formulation doit être miscible avec l'huile hydrocarbonée appropriée (Note 6).

7.3.5 Stabilité au stockage

7.3.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.

7.3.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 7), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 8) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.3.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.3.4.1),
- la miscibilité avec les huiles hydrocarbonées (7.3.4.2),

comme requis.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 Ces méthodes n'ont pas été testées sur ce type de formulation mais peuvent être utilisées comme point de départ d'un développement ultérieur.

Note 6 La concentration ne doit pas être plus élevée que la concentration la plus élevée recommandée dans les instructions d'utilisation.

Note 7 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 8 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.4 LIQUIDES POUR APPLICATION À TRÈS BAS VOLUME (UL)

En plus des caractéristiques identifiées dans la directive ci-dessous, la possibilité de perte de la masse de gouttelettes par volatilisation peut également être critique pour les formulations UL. Si l'évaporation des gouttelettes est trop rapide, la proportion de la pulvérisation qui dérive de la cible, et la distance sur laquelle cette dispersion se produit, peut s'accroître à des niveaux irrecevables. La volatilisation et la dispersion qui se produisent dans la pratique dépendent du spectre de la grosseur initiale des gouttelettes et de la hauteur à laquelle les gouttelettes tombent, de la température de l'air et de la vitesse du vent. Même si les autres paramètres sont raisonnablement constants, la vitesse du vent, en particulier, est hautement variable, même sur de courtes distances et périodes. Un degré de volatilisation qui peut être inacceptable pour un type d'application peut n'avoir aucune ou très peu de conséquences dans un autre cas. Il est souhaitable qu'une clause pour limiter les pertes par volatilisation soit incluse dans la spécification mais, pour l'instant, il est difficile de relier une simple mesure de perte par volatilisation à la hausse potentielle de la dispersion produite. Il est demandé à l'industrie de produire une méthode, ainsi que des données obtenues dans des conditions contrôlées, qui permettra d'établir une relation significative entre les résultats produits et la hausse potentielle de dispersion dans divers scénarios.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] LIQUIDE POUR APPLICATION À TRÈS BAS VOLUME

[numéro CIPAC]/UL (mois & année de publication)

7.4.1 Description

Le matériel se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme d'un liquide homogène stable, exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles.

7.4.2 Principe actif

7.4.2.1 Tests d'identité (Note 1)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.4.2.2 Teneur [nom commun ISO] (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 2) et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne

mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.4.3 Impuretés pertinentes

7.4.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.4.2.2.

7.4.3.2 Eau (MT 30.5) (Note 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

7.4.4 Propriétés physiques

7.4.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 4), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.4.4.2 Viscosité, le cas échéant (MT 22.1)

La viscosité doit être dans la fourchette: à

7.4.5 Stabilité au stockage

7.4.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.

7.4.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 5), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 6) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.4.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.4.4.1),

comme requis.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

7.4 Liquides pour application à très bas volume (UL),

Note 2 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 6 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.5 FORMULATION DE GEL POUR APPLICATION DIRECTE (GD)

Introduction

GD est la désignation pour une préparation de type gel, prévue pour être appliquée non diluée. Un gel pour application directe se compose d'un ou plusieurs ingrédients actifs, d'un agent structurant et d'autres formulants le cas échéant.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

... [nom commun ISO] (AGROCHIMIQUE) FORMULATION DE GEL POUR APPLICATION DIRECTE

[numéro CIPAC]/GD (mois & année de publication)

7.5.1 Description

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), homogénéisé dans des solvants adaptés, ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme d'un gel transparent ou opalescent, exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles, et doit être appliqué directement (sans dilution préalable dans l'eau).

7.5.2 Principe actif

7.5.2.1 Tests d'identité (Note 1)

Le ou les ingrédients actifs doivent (chacun) se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, ils doivent se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.5.2.2 Teneur... [nom commun ISO] (Notes 1 et 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 2) et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.5.3 Impuretés permanentes

7.5.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 3), le cas échéant

Maximum: ... % de la teneur en ... [nom commun ISO] trouvée en 7.5.2.2.

7.5 Formulation de gel pour application directe (GD)

7.5.3.2 Eau (MT 30.5) (Notes 4 & 5), le cas échéant

Maximum: ... g/kg

7.5.4 Propriétés physiques

7.5.4.1 Apparence

Formulation homogène, aucune phase de séparation n'est observée.

7.5.4.2 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.5.5 Stabilité au stockage

7.5.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.

7.5.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 6), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à..... par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 7) et le produit doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.5.3.1),
- l'apparence: aucune phase de séparation (7.5.4.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.5.4.2),

comme requis.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 Cette clause n'est pas appropriée pour les formulations formulées dans l'eau.

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 6 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Les conditions alternatives sont: 6 semaines à 45 ± 2 °C; 8 semaines à 40 ± 2 °C; 12 semaines à 35 ± 2 °C ou 18 semaines à 30 ± 2 °C. Le produit entier doit être stocké.

Note 7 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.11 CONCENTRÉS ÉMULSIONNABLES (EC)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] CONCENTRÉ ÉMULSIONNABLE

[numéro CIPAC]/EC (mois & année de publication)

7.11.1 *Description*

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dissous dans les solvants appropriés, ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme d'un liquide homogène stable, exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles, à appliquer comme émulsion après dilution dans l'eau.

7.11.2 *Principe actif*

7.11.2.1 **Tests d'identité** (Note 1)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.11.2.2 **Teneur** [nom commun ISO] (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 2) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.11.3 *Impuretés pertinentes*

7.11.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.11.2.2.

7.11.3.2 **Eau** (MT 30.5) (Note 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

7.11.4 Propriétés physiques**7.11.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3)**
(Note 4), le cas échéantAcidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.11.4.2 Stabilité de l'émulsion et ré-émulsification (MT 36.3)

La formulation, une fois diluée à 30 ± 2 °C (Notes 5 et 6) avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après dilution	Limites de stabilité, MT 36.3
0 h	émulsification initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml
2.0 h	« crème », maximum: ml « huile libre » maximum: ml
24 h	ré-émulsification complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre » maximum: ml
Note: des essais après 24 h sont nécessaires uniquement lorsqu'il existe un doute sur les résultats à 2 h	

7.11.4.3 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 7)

Maximum: ml après une minute.

7.11.5 Stabilité au stockage**7.11.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)**

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.

7.11.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 8), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 9) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.11.3.1),
- l'acidité, alcalinité, intervalle de pH (7.11.4.1),
- la stabilité de l'émulsion et la ré-émulsification (7.11.4.2),

comme requis.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 2 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

7.11 Concentrés émulsionnables (EC),

Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 5 À moins qu'une autre température soit spécifiée.

Note 6 Comme souligné dans CIPAC MT 36.3, les concentrations de l'essai doivent reposer sur celles des modes d'emploi recommandés fournis avec le produit. Lorsque plusieurs concentrations sont recommandées, les concentrations la plus élevée et la plus basse dans le cadre de la méthode doivent être utilisées.

Note 7 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 9 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.12 CONCENTRÉS DISPERSABLES (DC)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] CONCENTRÉ DISPERSABLE

[numéro CIPAC]/DC (mois & année de publication)

7.12.1 Description

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dissous dans les solvants appropriés, ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme d'un liquide homogène stable, exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles, à appliquer comme dispersion après dilution dans l'eau.

7.12.2 Principe actif

7.12.2.1 Tests d'identité (Note 1)

Le principe actif doit se conformer au test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.12.2.2 Teneur [nom commun ISO] (Note 1)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 2) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.12.3 Impuretés pertinentes

7.12.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 3), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.12.2.2.

7.12.3.2 Eau (MT 30.5) (Note 4), le cas échéant

Maximum: g/kg.

7.12.4 Propriétés physiques**7.12.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3)**
(Note 4), le cas échéantAcidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.12.4.2 Stabilité de la dispersion (MT 180)

La formulation, une fois diluée (Note 5) avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après avoir laissé reposer la dispersion	Limites de stabilité
0 h	Dispersion initiale complète
0,5 h	« crème », maximum: ml « huile libre » maximum: ml sédiment, maximum: ml
24 h	re-dispersion complète
24,5 h	« crème », maximum: ml « huile libre » maximum: ml sédiment, maximum: ml

7.12.4.3 Test du tamis humide (MT 185)

Maximum:% de la formulation doit être conservé sur un test de tamis humides àµm, aux dilutions spécifiées.

7.12.4.4 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 6)

Maximum: ml après min.

7.12.5 Stabilité au stockage**7.12.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)**

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.

7.12.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 7), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 8) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.12.3.1),
- l'acidité, alcalinité ou intervalle de pH (7.12.4.1),
- la stabilité de la dispersion (7.12.4.2),

comme requis.

Note 1 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données

appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

- Note 2 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.
- Note 3 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.
- Note 4 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.
- Note 5 La formulation doit être testée aux taux d'utilisation le plus élevé et le plus bas recommandés par le fournisseur.
- Note 6 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur sous réserve qu'il soit dans la portée de la méthode. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 7 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 8 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.21 ÉMULSIONS, HUILE DANS L'EAU (EW)

Introduction

EW est la désignation d'une émulsion stable d'ingrédients actifs dans une phase aqueuse, conçue pour dilution dans l'eau avant utilisation. Le principe actif est normalement un liquide et constitue une phase huileuse dispersée, mais il est également possible d'émulsionner un principe actif solide ou liquide dissous dans un solvant non miscible à l'eau.

Les émulsions, comme les suspensions concentrées, constituent des systèmes métastables. Par conséquent, après le transport et le stockage, il peut être nécessaire de ré-homogénéiser la préparation, soit en secouant les petits conteneurs, soit en mélangeant le contenu des grands conteneurs.

Les émulsions peuvent être des fluides non-newtoniens à rhéologie complexe. Même si la rhéologie peut influencer les caractéristiques de la dilution, celles-ci sont contrôlées indirectement par le test de stabilité de l'émulsion.

Ces directives relatives aux spécifications s'appliquent uniquement aux macro-émulsions aqueuses et pas aux autres formulations comme les suspensions-émulsions (SE), les émulsions, huile dans l'eau (EO) ou les microémulsions (ME).

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] ÉMULSION, HUILE DANS L'EAU

[numéro CIPAC]/EW (mois & année de publication)

7.21.1 Description

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dissous dans les solvants appropriés, ainsi que tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme d'un liquide homogène stable, exempt de toute matière ou sédiment en suspension visibles, à appliquer comme dispersion après dilution dans l'eau.

La formulation se compose d'une émulsion de [nom commun ISO] technique, se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS....., sous la forme de..... (voir Section 4.2), dans une phase aqueuse, ainsi que des agents de formulation appropriés. Après avoir été légèrement agitée, la formulation doit être homogène (Note 1) et convenir pour la dilution dans l'eau.

7.21.2 Principe actif**7.21.2.1 Tests d'identité** (Note 2)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.21.2.2 Teneur [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.21.3 Impuretés pertinentes**7.21.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.21.2.2.

7.21.4 Propriétés physiques**7.21.4.1 Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.21.4.2 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal: %.

7.21.4.3 Stabilité de l'émulsion et ré-émulsification (MT 36.3)

La formulation, une fois diluée à 30 ± 2 °C (Notes 6 et 7) avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après dilution	Limites de stabilité, MT 36.3
0 h	Émulsification initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml
2.0 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
24 h	ré-émulsification complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
Note: des essais après 24 h sont nécessaires uniquement lorsqu'il existe un doute sur les résultats à 2 h	

7.21.4.4 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 8)

Maximum: ml après une minute.

7.21.5 Stabilité au stockage**7.21.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)**

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume du solide et/ou du liquide qui se sépare ne sera pas supérieur à 0,3 ml.

7.21.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 9), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 10) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.21.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.21.4.1),
- la stabilité de l'émulsion et ré-émulsification (7.21.4.3),

comme requis.

Note 1 Tous les essais physique et chimiques énumérés dans cette spécification doivent être effectués avec un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée.

Avant d'échantillonner pour vérifier la qualité de la formulation, le conteneur commercial doit être inspecté avec soin. Au repos, les émulsions peuvent développer un gradient de concentration qui peut même entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus (sédimentation de l'émulsion) ou au fond (crémage de l'émulsion). Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient). Les grands conteneurs peuvent être ouverts et remués de manière adéquate.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 4 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 6 À moins qu'une autre température soit spécifiée.

Note 7 Comme souligné dans CIPAC MT 36.3, les concentrations de l'essai doivent reposer sur celles des modes d'emploi recommandés fournis avec le produit. Lorsque plusieurs concentrations sont recommandées, les concentrations la plus élevée et la plus basse dans la portée de la méthode doivent être utilisées.

Note 8 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 9 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 10 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.22 ÉMULSIONS POUR TRAITEMENT DES SEMENCES (ES)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

Les directives pour les formulations de traitement des semences ne s'appliquent pas aux formulations prévues pour le pelliculage ou l'enrobage des semences. Elles incluent des clauses spéciales, relatives à leur mode d'utilisation, même si certaines des méthodes d'essais correspondantes sont encore à développer. L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent appliquer la formulation strictement selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

..... [nom commun ISO] ÉMULSION POUR TRAITEMENT DES SEMENCES

(Note 1)

[numéro CIMAP]/ES (mois & année de publication)

7.22.1 Description

Le matériel se compose d'une émulsion à base d'eau contenant [nom commun ISO], se conformant aux exigences de la spécification de la FAO....., sous la forme de..... (voir Section 4.2), ainsi que de tout adjuvant de formulation nécessaire dont des colorants (Note 1). Il doit être facile à homogénéiser (à savoir que, après une légère secousse de petits conteneurs commerciaux ou le mélange du contenu de grands conteneurs, le matériel doit être homogène) et convenir à la dilution avec de l'eau le cas échéant.

7.22.2 Ingrédient actif

7.22.2.1 Tests d'identité (Note 2)

L'ingrédient actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.22.2.2 Teneur en [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de celle déclarée de plus de la tolérance appropriée, donnée dans le tableau des tolérances, Section 4.3.2.

7.22.3 Impuretés pertinentes**7.22.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.22.2.2.

7.22.4 Propriétés physiques**7.22.4.1 Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.22.4.2 Stabilité de l'émulsion à la dilution avec de l'eau (MT 36.3), le cas échéant

La formulation, une fois diluée à 30 ± 2 °C (Note 6) avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après dilution	Limites de stabilité, MT 36.3
0 h	Émulsification initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml
2.0 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
24 h	ré-émulsification complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
Note: des essais après 24 h sont nécessaires uniquement lorsqu'il existe un doute sur les résultats à 2 h	

7.22.4.3 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 7), le cas échéant

Maximum: ml après une minute.

7.22.4.4 Adhérence aux semences (MT 194)

Le fabricant doit déclarer un type représentatif de semences pour lequel la formulation destinée au traitement des semences est recommandée, le pourcentage minimum de [nom commun ISO] restant sur les semences après l'essai.

7.22.5 Stabilité au stockage**7.22.5.1 Stabilité à 0 °C** (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, aucune séparation des particules ou de la matière huileuse ne doit être visible après une légère agitation.

7.22.5.2 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 8), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 9) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.22.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.22.4.1),
- la stabilité de l'émulsion à la dilution avec de l'eau (7.22.4.2),
- l'adhérence aux semences (7.22.4.4),

comme requis.

Note 1 L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

La formulation est censée contenir un colorant ou un pigment qui colore de façon permanente la semence après le traitement (le rouge est recommandé). Toutefois, le colorant/pigment peut, à des fins spéciales, être ajouté à un stade ultérieur. Dans certains pays, il peut y avoir une obligation légale à utiliser une couleur spécifique. La même couleur ne peut pas être utilisée pour la dénaturation des semences destinées à être utilisées dans les aliments pour animaux.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 4 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 6 Comme souligné dans CIPAC MT 36.3, les concentrations de l'essai doivent reposer sur celles des modes d'emploi recommandés sous réserve qu'elles soient dans la portée de la méthode.

Note 7 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur sous réserve qu'il soit dans la portée de la méthode. À l'aide de MT 47.3, le volume initial d'eau peut être réduit pour permettre la préparation de concentrations élevées. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 9 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.23 MICRO-ÉMULSIONS (ME)

Introduction

Une microémulsion est un mélange d'eau et de composants solubles et non solubles dans l'eau formant un liquide transparent et homogène. Un ou plusieurs principes actifs peuvent être présents dans la phase aqueuse, dans la phase non aqueuse ou dans les deux phases. Un grand nombre de formulations de microémulsions peuvent être préparées dans lesquelles la phase aqueuse peut être considérée comme la phase dispersée, la phase continue ou, alternativement, où les deux phases sont considérées comme bicontinues. Dans tous les cas, les microémulsions se disperseront dans l'eau pour former des émulsions conventionnelles ou diluer les microémulsions.

Un des grands avantages des microémulsions est que, contrairement aux autres formulations de dispersion conventionnelles, elles sont thermodynamiquement stables. À cet égard, elles sont assez semblables aux formulations de concentrés solubles (SL). Toutefois, les microémulsions sont souvent stables uniquement dans une fourchette limitée de températures. Pour cette raison, une attention particulière doit être donnée aux instructions pour le stockage de la formulation.

Étant donné qu'elles forment des émulsions ou diluent les émulsions lors de la dilution dans l'eau, les microémulsions sont traitées de la même manière que les formulations de concentrés émulsionnables (EC), avec quelques modifications supplémentaires pour prendre en compte les problèmes potentiels d'utilisation relatifs au stockage et d'utilisation à des températures élevées et basses.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] MICRO-ÉMULSION

[numéro CIPAC]/ME (mois & année de publication)

7.23.1 Description

Le produit se compose de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), combiné avec de l'eau et d'autres agents de formulation appropriés pour donner un liquide stable et transparent, exempt de toute matière et sédiments suspendus visibles (Note 1).

7.23.2 Principe actif

7.23.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.23.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.23.3 Impuretés pertinentes

7.23.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.23.2.2.

7.23.4 Propriétés physiques

7.23.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H_2SO_4 .

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.23.4.2 Mousse persistante (MT 47.3)

Maximum ml après une minute (Note 6).

7.23.4.3 Stabilité de l'émulsion et ré-émulsification (MT 36.3) (Note 7)

La formulation, une fois diluée à 30 ± 2 °C (Note 8) avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après dilution	Limites de stabilité, MT 36.3
0 h	Émulsification initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml
2.0 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
24 h	ré-émulsification complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml
Note: des essais après 24 h sont nécessaires uniquement lorsqu'il existe un doute sur les résultats à 2 h	

7.23.5 Stabilité au stockage

7.23.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, le volume de solide et/ou de liquide qui se sépare ne doit pas être supérieur à 0,3 ml (Note 9).

7.23.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Notes 9 et 10), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 11) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.23.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.23.4.1),
- la stabilité de l'émulsion et ré-émulsification (7.23.4.3),

comme requis.

-
- Note 1** Avant d'échantillonner un conteneur commercial pour vérifier la qualité de la formulation, l'inspecter soigneusement pour s'assurer qu'aucune séparation des phases n'a eu lieu. Si la formulation a été soumise à une température extrême, la récupération d'un liquide transparent et visuellement homogène peut nécessiter d'agiter légèrement le récipient avant le prélèvement de l'échantillon.
- Note 2** Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.
- Note 3** Dans certains cas, les formulations de microémulsions peuvent être assez visqueuses. Dans ce cas, à moins qu'une homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la teneur en principe actif en g/l. Il est préférable, par conséquent, de déterminer la teneur en g/kg et, si nécessaire, de déterminer la masse par millilitre en g/ml, pour calculer la teneur en principe actif en g/l.
- Note 4** Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.
- Note 5** La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée. Traiter la ME comme un concentré émulsionnable.
- Note 6** La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 7** À moins qu'une autre température soit spécifiée.
- Note 8** Comme souligné dans CIPAC MT 36.3, les concentrations de l'essai doivent reposer sur celles des modes d'emploi recommandés fournis avec le produit. Lorsque plusieurs concentrations sont recommandées, les concentrations la plus élevée et la plus basse dans la portée de la méthode doivent être utilisées.
- Note 9** Dans certaines circonstances, la séparation des phases peut se produire à des températures élevées ou basses. La formulation doit être jugée acceptable si la récupération d'une phase unique est aussi rapide que l'équilibre thermique aux températures ambiantes ou d'utilisation.
- Note 10** À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 11** Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.31 **SUSPENSIONS CONCENTRÉES (SC)**

Introduction

SC est la désignation d'une suspension stable de principes actifs dans une phase aqueuse continue, conçue pour une dilution avec de l'eau avant l'utilisation.

Les paramètres qui décrivent le mieux les caractéristiques de la performance sont:

- l'essai de la faculté d'écoulement (pour s'assurer que le SC peut être versé de son récipient);
- la dispersibilité dans l'eau (spontanéité de la dispersion), suspensibilité, tests du tamis humide et de la mousse persistante (pour garantir la pulvérisabilité de la suspension diluée).

D'autres propriétés physiques, en particulier la gamme granulométrique et la viscosité, cependant, sont exclues de la spécification pour les raisons suivantes:

- gamme granulométrique: il n'y a pas de méthode simple et acceptée sur le plan international pour la détermination de la gamme granulométrique des SC. De plus, la gamme granulométrique est décrite et limitée dans la spécification par un certain nombre de paramètres facilement quantifiables qu'elle influence. Ces paramètres sont l'analyse avec le tamis humide, la suspensibilité, la faculté d'écoulement et la dispersibilité dans l'eau.
- viscosité: bien que la viscosité soit également une propriété importante, elle ne peut pas être déterminée facilement par des moyens simples. Comme la plupart des SC montrent des caractéristiques d'écoulement non-newtonien, la viscosité n'est qu'une partie d'une rhéologie plus complexe. Les paramètres de la faculté d'écoulement et de la dispersibilité dans l'eau inclus dans la spécification décrivent de façon adéquate les propriétés (rhéologiques) d'écoulement.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] CONCENTRÉ DE SUSPENSION

[numéro CIPAC]/SC (mois & année de publication)

7.31.1 **Description**

Le produit se compose d'une suspension de fines particules de [nom commun ISO], conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dans une phase aqueuse avec des agents de formulation appropriés. Après une légère agitation, Le produit doit être homogène (Note 1) et convenir pour une dilution ultérieure dans l'eau.

7.31.2 Principe actif**7.31.2.1 Tests d'identité** (Note 2)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.31.2.2 Teneur en..... [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.31.3 Impuretés pertinentes**7.31.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.31.2.2.

7.31.4 Propriétés physiques**7.31.4.1 Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.31.4.2 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal:%.

7.31.4.3 Spontanéité de la dispersion (MT 160) (Note 6)

Un minimum de% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.31.2.2 doit être en suspension après 5 minutes dans l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 7).

7.31.4.4 Suspensibilité (MT 184) (Note 6)

Un minimum de% de la teneur en..... [nom commun ISO] trouvée en 7.31.2.2 doit être en suspension après 30 mn dans l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 7).

7.31.4.5 Test du tamis humide (MT 185) (Note 8)

Maximum:% de la formulation doivent être retenus sur un tamis de µm.

7.31.4.6 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 9)

Maximum: ml après une minute.

7.31 Suspensions concentrées (SC)

7.31.4.7 Distribution de la granulométrie (MT 187), le cas échéant

...% des particules doivent être dans la gamme de ... à ... (note 10)

7.31.5 Stabilité au stockage

7.31.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- la suspensibilité (7.31.4.4),
- le test du tamis humide (7.31.4.5),

comme requis.

7.31.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 11), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 12) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.31.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.31.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.31.4.2),
- la spontanéité de la dispersion (7.31.4.3),
- la suspensibilité (7.31.4.4),
- le test du tamis humide (7.31.4.5),

comme requis.

Note 1 Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur commercial avec soin. Au repos, les concentrés de suspension développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut même entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé). Les grands conteneurs peuvent être ouverts et remués de manière adéquate. Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond. Une méthode simple et appropriée pour vérifier la présence d'une couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à sonder avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur. Tous les essais physiques et chimiques doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif (en g/l) si des méthodes autres que OCDE 109 et MT 3.3 sont utilisées. Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

- Note 4 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.
- Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.
- Note 6 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse du principe actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du dosage chimique. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.
- Note 7 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées.
- Note 8 Ce test détecte les grosses particules (causées, par exemple, par le développement des cristaux) ou les agglomérats (formation de croûte) ou les matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le réservoir du pulvérisateur.
- Note 9 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 10 Les pourcentages peuvent être spécifiés dans une ou plusieurs gammes, selon ce qui conviendra au produit. La diffraction laser n'est pas toujours adaptée pour mesurer la distribution granulométrique des formulations liquides. Cela doit être évalué par le test du tamis humide (MT 185) et de la suspensibilité (MT 184) ou de la stabilité de la dispersion (MT 180).
- Note 11 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 12 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.32 SUSPENSIONS CONCENTRÉES POUR TRAITEMENT DES SEMENCES (FS) (Concentrés fluidifiables pour traitement des semences)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

Les directives pour les formulations de traitement des semences ne s'appliquent pas aux formulations prévues pour le pelliculage ou l'enrobage des semences. Elles incluent des clauses spéciales, relatives à leur mode d'utilisation, même si certaines des méthodes d'essais correspondantes sont encore à développer. L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

..... [nom commun ISO] SUSPENSIONS CONCENTRÉES POUR TRAITEMENT DES SEMENCES (Note 1)

[numéro CIPAC]/FS (mois & année de publication)

7.32.1 Description

Le produit se compose d'une suspension de fines particules de [nom commun ISO], conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dans une phase aqueuse avec des agents de formulation appropriés, y compris des colorants (Note 1). Après un léger mélange ou agitation, le produit doit être homogène (Note 2) et convenir pour une dilution ultérieure dans l'eau si nécessaire.

7.32.2 Principe actif

7.32.2.1 Tests d'identité (Note 3)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.32.2.2 Teneur [nom commun ISO] (Note 3)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.32.3 Impuretés pertinentes

7.32.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 5), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.32.2.2.

7.32.4 Propriétés physiques

7.32.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 6), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.32.4.2 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal:.....%.

7.32.4.3 Test du tamis humide (MT 185) (Note 7)

Maximum:% retenus sur un tamis deµm.

7.32.4.4 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 8), le cas échéant

Maximum: ml après une minute.

7.32.4.5 Suspensibilité (MT 184) (Note 9), le cas échéant.

Un minimum de% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.32.2.2 doit être en suspension après 30 mn dans l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 10).

7.32.4.6 Distribution de la granulométrie (MT 187), le cas échéant

...% des particules doivent être dans la gamme de ... à ... (Note 11)

7.32.4.7 Adhérence aux semences (MT 194)

Le fabricant doit déclarer un type représentatif de semences pour lequel la formulation destinée au traitement des semences est recommandée, le pourcentage minimum de [nom commun ISO] restant sur les semences après l'essai.

7.32.5 Stabilité au stockage

7.32.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, la formulation doit continuer à se conformer à la clause pour: test du tamis humide (7.32.4.3).

7.32.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 12), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 13) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.32.3.1),
- l'acidité, alcalinité ou intervalle de pH (7.32.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.32.4.2),
- le test du tamis humide (7.32.4.3),
- la suspensibilité (7.32.4.5),
- l'adhérence aux semences (7.32.4.7),

comme requis.

Note 1 L'influence du traitement sur la germination est d'une importance majeure mais elle n'est pas soumise à une clause de la spécification car aucune méthode d'essai n'est applicable à tous les types de semences. Pour éviter des effets néfastes, les utilisateurs doivent strictement appliquer la formulation selon les recommandations du fabricant et ne doivent pas traiter de semences pour lesquelles l'effet sur la germination n'est pas connu. Les semences traitées doivent être stockées dans un conteneur approprié et doivent être protégées des températures excessives et de l'humidité.

La formulation est censée contenir un colorant ou un pigment qui colore de façon permanente la semence après le traitement (le rouge est recommandé). Toutefois, le colorant/pigment peut, à des fins spéciales, être ajouté à un stade ultérieur. Dans certains pays, il peut y avoir une obligation légale à utiliser une couleur spécifique. La même couleur ne peut pas être utilisée pour la dénaturation des semences destinées à être utilisées dans les aliments pour animaux.

Note 2 Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur avec soin. Au repos, les concentrés de suspension développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut même entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé, les grands conteneurs peuvent être ouverts et remués de manière adéquate). Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond. Une méthode simple et appropriée pour vérifier la présence d'une couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à sonder avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur. Tous les essais physiques et chimiques doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée.

Note 3 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 4 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif (en g/l) si des méthodes autres que OCDE 109 et MT 3.3 sont utilisées. Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 5 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

- Note 6 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.
- Note 7 Ce test détecte les grosses particules (causées, par exemple, par le développement des cristaux) ou les matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le matériel d'application.
- Note 8 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur, sous réserve qu'il soit dans la portée de la méthode. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 9 La suspensibilité n'est pas applicable pour les FS qui sont utilisées sans dilution et la clause peut être enlevée. En MT 184, le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse du principe actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du dosage chimique. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.
- Note 10 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées.
- Note 11 Les pourcentages peuvent être spécifiés dans une ou plusieurs gammes, selon ce qui conviendra au produit. La diffraction laser n'est pas toujours adaptée pour mesurer la distribution granulométrique des formulations liquides. Cela doit être évalué par le test du tamis humide 4.5.31 et de la suspensibilité 4.5.43 ou de la stabilité de la dispersion 4.5.44.
- Note 12 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 13 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.33 SUSPENSIONS DE CAPSULES (CS)

Introduction

CS est la désignation d'une suspension stable du principe actif micro-encapsulé dans une phase aqueuse continue, conçue pour la dilution avec de l'eau avant l'utilisation.

Les paramètres qui décrivent le mieux les caractéristiques de la performance sont ceux qui suivent.

- Le principe actif, déterminé et exprimé en « total », « libre » et « taux d'écoulement » (« total » est requis dans tous les cas, « libre » et « taux de libération » dépendent de l'application prévue).
- Test de la faculté d'écoulement (pour s'assurer que la CS peut être versée de son conteneur).
- Tests de la spontanéité de dispersion, de la suspensibilité, du tamis humide et de la mousse persistante (pour s'assurer de la faculté de pulvérisation de la suspension).
- Stabilité à la congélation/décongélation. La congélation d'une formulation micro-encapsulée peut entraîner une défaillance de la capsule à travers la cristallisation ou par d'autres mécanismes, avec pour résultat que les propriétés de la formulation peuvent être modifiées de façon drastique, y compris la libération du principe actif dans le milieu aqueux.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] SUSPENSION DE CAPSULE AQUEUSE

[numéro CIPAC]/CS (mois & année de publication)

7.33.1 Description

Le produit se compose d'une suspension de micro-capsules contenant [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), dans une phase aqueuse, ainsi que des agents de formulation appropriés. Après avoir été agité, Le produit doit apparaître homogène (Note 1) et convenir à une dilution ultérieure dans l'eau.

7.33.2 Principe actif

7.33.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.33.2.2 Teneur [nom commun ISO]**7.33.2.2.1 Teneur totale** (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.33.2.2.2 Teneur libre (non-encapsulée) (Notes 2 et 4), le cas échéant

La teneur moyenne de [nom commun ISO] libre mesurée ne doit pas dépasser.....% de la teneur totale déterminée.

7.33.2.2.3 Taux de libération (Note 4) (pour les formulations à libération lente ou contrôlée), le cas échéant

Le taux de libération mesuré doit se conformer aux critères suivants:
.....

7.33.3 Impuretés pertinentes**7.33.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 5), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.33.2.2.1.

7.33.4 Propriétés physiques**7.33.4.1 Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 6), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.33.4.2 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal:%.

7.33.4.3 Spontanéité de la dispersion (MT 160) (Note 7)

Un minimum de% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.33.2.2.1 doit être en suspension après 5 minutes dans l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 7).

7.33.4.4 Suspensibilité (MT 184) (Note 7)

Un minimum de% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.33.2.2.1 doit être en suspension après 30 mn dans l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 8).

7.33 Suspensions de capsules (CS),

7.33.4.5 **Test du tamis humide** (MT 185) (Note 9)

Maximum:% de la formulation doit être retenu sur un tamis de μm .

7.33.4.6 **Mousse persistante** (MT 47.3) (Note 10)

Maximum: ml après une minute.

7.33.4.7 **Distribution de la granulométrie** (MT 187), le cas échéant

...% des particules doivent être dans la gamme de ... à ... (Note 11)

7.33.5 **Stabilité au stockage**

7.33.5.1 **Stabilité à la congélation/décongélation** (Note 12)

Après avoir subi cycles de congélation/décongélation et après homogénéisation, la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.33.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.33.4.2),
- la spontanéité de la dispersion (7.33.4.3),
- la suspensibilité (7.33.4.4),
- le test du tamis humide (7.33.4.5),

comme requis.

Une augmentation dans la teneur en [nom commun ISO] doit être autorisée, avec la concentration maximale après le test correspondant à% de celle trouvée pour la teneur totale en 7.33.2.2.1.

7.33.5.2 **Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 13), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 14) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.33.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.33.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.33.4.2),
- la spontanéité de la dispersion (7.33.4.3),
- la suspensibilité (7.33.4.4),
- le test du tamis humide (7.33.4.5),

comme requis.

Une augmentation dans la teneur en [nom commun ISO] doit être autorisée, avec la concentration maximale après le test correspondant à% de celle trouvée pour la teneur totale en 7.33.2.2.1.

-
- Note 1 Tous les essais physiques et chimiques doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée.
- Veillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur commercial avec soin. Au repos, les concentrés de suspension développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut même entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé, les grands conteneurs peuvent être ouverts et remués de manière adéquate). Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond. Une méthode simple et appropriée pour vérifier la présence d'une couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à sonder avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur.
- Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.
- Note 3 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif (en g/l) si des méthodes autres que OCDE 109 ou MT 3.3 sont utilisées. Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.
- Note 4 Une clause pour le taux de libération est requise uniquement pour les CS à libération lente ou contrôlée. Une clause pour le principe actif libre est requise uniquement lorsque la CS est prévue pour avoir des propriétés à libération lente ou contrôlée, ou est prévue pour améliorer la sécurité de l'opérateur. Une méthode d'essai pour le taux de libération de la CS peut être spécifique au produit.
- Note 5 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.
- Note 6 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.
- Note 7 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse du principe actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du dosage chimique. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.
- Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées.
- Note 9 Ce test détecte les grosses particules (par ex. capsules surdimensionnées, cristaux) ou les agglomérats (de capsules ou de la formation de croûte) ou les matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le réservoir du pulvérisateur.
- Note 10 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 11 Les pourcentages peuvent être spécifiés dans une ou plusieurs gammes, selon ce qui conviendra au produit. La diffraction laser n'est pas toujours adaptée pour mesurer la distribution granulométrique des formulations liquides. Cela doit être évalué par le test du tamis humide 4.5.31 et de la suspensibilité 4.5.43 ou de la stabilité de la dispersion 4.5.44.

7.33 Suspensions de capsules (CS),

Note 12 Après la fabrication et durant l'expédition, il est souvent impossible pour le vendeur ou l'acheteur de garantir que la formulation n'a pas été exposée à des températures glaciales. Comme la congélation d'une suspension de capsule aqueuse peut entraîner des changements indésirables et irréversibles, notamment (mais pas seulement) la défaillance de la capsule causée par la cristallisation du principe actif, la capacité de la formulation à résister avec succès à des congélations et décongélations répétées est une propriété importante. Sauf accord contraire, l'essai de la stabilité à la congélation/décongélation doit faire alterner la formulation entre la température ambiante (à savoir 20 ± 2 °C) et -10 ± 2 °C sur des cycles de 18 heures de gel /6 heures de dégel pendant un total de quatre cycles.

Note 13 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 14 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.34 SUSPENSIONS CONCENTRÉES HUILEUSES (OD)

Introduction

Une suspension concentrée huileuse (OD) est une suspension stable d'ingrédient(s) actif(s) dans un fluide organique, qui peut contenir d'autres ingrédients actifs dissous, prévue pour être diluée dans l'eau avant utilisation.

Les formulations OD sont des systèmes métastables, comme les émulsions, l'huile dans l'eau (EW) et les suspensions concentrées (SC). Par conséquent, après le transport et le stockage, il peut être nécessaire de ré-homogénéiser la formulation, en secouant ou en mélangeant.

Les OD, comme les formulations SC, ne se dispersent pas aussi spontanément que les formulations EC lors de la dilution dans l'eau. Par conséquent, la solution à pulvériser doit être mélangée afin d'obtenir une dispersion homogène avant l'application.

Les paramètres qui décrivent le mieux les caractéristiques de la performance:

- la faculté d'écoulement (pour s'assurer que l'OD peut être versée de son conteneur);
- les tests de stabilité de la dispersion, du tamis humide et de la mousse persistante (pour s'assurer de la faculté de pulvérisation et de la stabilité de la suspension diluées);
- le stockage à température élevée (pour s'assurer de l'absence de la croissance de cristaux lors du stockage).

Les informations sur d'autres propriétés peuvent également être données, par ex. la masse par millilitre, l'acidité ou l'alcalinité et la stabilité à 0 °C, mais ces paramètres ne constituent pas normalement des éléments essentiels de la spécification.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] SUSPENSION CONCENTRÉE HUILEUSE

[numéro CIPAC]/OD (mois & année de publication)

7.34.1 Description

Le produit se compose d'une suspension stable de fines particules de [nom commun ISO] technique, conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), dans un fluide non-aqueux avec des agents de formulation appropriés. Après avoir secoué ou remué l'échantillon, le produit doit être homogène (Note 1).

7.34.2 Principe actif**7.34.2.1 Tests d'identité (Note 2)**

Le principe actif doit se conformer au test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.34.2.2 Teneur [nom commun ISO] (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.34.3 Impuretés pertinentes**7.34.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Note 4), le cas échéant**

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.34.2.2.

7.34.4 Propriétés physiques**7.34.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou intervalle de pH (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant**

Acidité maximale: g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.34.4.2 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal: %.

7.34.4.3 Stabilité de la dispersion (MT 180)

La formulation, une fois diluée (Notes 6 & 7) avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après avoir laissé reposer la dispersion	Limites de stabilité
0 h	Dispersion initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml « sédiment », maximum: ml
24 h	Re-dispersion complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml « sédiment », maximum: ml

7.34.4.4 Test du tamis humide (MT 185) (Note 8)

Maximum: % de la formulation doit être retenu sur un tamis de

..... µm.

7.34.4.5 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 9)

Maximum: ml après une minute.

7.34.4.6 Distribution de la granulométrie (MT 187), le cas échéant

...% des particules doivent être dans la gamme ... à ... (Note 10)

7.34.5 Stabilité au stockage

7.34.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- la stabilité de la dispersion (7.34.4.3),
- le test du tamis humide (7.34.4.4),

comme requis.

7.34.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 11), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 12) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.34.3.1),
- l'acidité, alcalinité ou intervalle de pH (7.34.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.34.4.2),
- la stabilité de la dispersion (7.34.4.3),
- le test du tamis humide (7.34.4.4),

comme requis.

Note 1 Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur commercial avec soin. Au repos, les suspensions concentrées huileuses (OD) développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut même entraîner l'apparition d'un liquide limpide sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé, les grands conteneurs peuvent être ouverts et remués de manière adéquate). Après cette opération, le récipient ne doit pas contenir de couche adhésive de matière non dispersée au fond. Une méthode simple et appropriée pour vérifier la couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur. Tous les essais physiques et chimiques doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par

7.34 Suspensions concentrées huileuses (OD)

millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif (en g/l) si des méthodes autres que OCDE 109 sont utilisées. Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 4 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 6 À moins qu'une autre température soit spécifiée.

Note 7 La formulation doit être testée à une dilution de 2 pour cent ou, autrement, aux taux d'utilisation le plus élevé et le plus bas recommandés par le fournisseur, sous réserve qu'ils soient dans la portée de la méthode.

Note 8 Ce test détecte les grosses particules (par ex. causées par le développement des cristaux) ou les agglomérats (formation de croûtes) ou les matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le réservoir du pulvérisateur.

Note 9 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 10 Les pourcentages peuvent être spécifiés dans une ou plusieurs gammes, selon ce qui conviendra au produit. La diffraction laser n'est pas toujours adaptée pour mesurer la distribution granulométrique des formulations liquides. Cela doit être évalué par le test du tamis humide 4.5.31 et de la suspensibilité 4.5.43 ou de la stabilité de la dispersion 4.5.44.

Note 11 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 12 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.41 SUSPENSION-ÉMULSIONS (SE)

Introduction

Une suspension-émulsion est un mélange d'ingrédients actifs non solubles dans l'eau dispersés dans une solution aqueuse, où un (ou plusieurs) des ingrédients actifs sont sous forme de suspension et où un (ou plusieurs) des ingrédients actifs sont sous forme d'émulsion. La formulation est destinée à être diluée dans l'eau avant l'application par pulvérisation. Les mélanges d'ingrédients actifs sont souvent utilisés pour offrir un éventail pour large de lutte contre les ravageurs. Formuler des ingrédients actifs ensemble élimine le besoin de mélanger dans le réservoir (ce qui peut entraîner des incompatibilités). Comme les autres formulations liquides aqueuses, les suspensions-émulsions sont faciles à manipuler et à mesurer, ne font pas de poussière, sont ininflammables et ont une bonne miscibilité avec l'eau.

Les suspensions-émulsions ne sont pas stables indéfiniment et, par conséquent, il est nécessaire de s'assurer que, après le transport et le stockage, la formulation demeure utilisable. La quantification des paramètres suivants, en particulier des tests de stabilité à des températures élevées et basses, vont répondre à cet objectif.

- tests d'identité du principe actif et détermination de la teneur en principe actif (relatif à l'efficacité biologique);
- impuretés;
- test d'écoulement (pour s'assurer que la SE peut être versée de son conteneur);
- tests de stabilité de la dispersion et du tamis humide (pour s'assurer de la faculté de pulvérisation de la suspension-émulsion diluée).

Les informations sur d'autres propriétés peuvent également être données, par ex. masse par millilitre (si pertinent), mais ces paramètres ne constituent pas normalement des éléments essentiels de la spécification.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] SUSPENSION-ÉMULSION

[numéro CIPAC]/SE (mois & année de publication)

7.41.1 Description

Le produit se compose d'une suspension de fines particules de [nom commun ISO] technique conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS....., sous la forme de (voir Section 4.2), combinée avec une émulsion de fines gouttelettes de [nom commun ISO] technique conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), dans une phase aqueuses avec des agents de formulation appropriés. Après avoir été

doucement agité, Le produit doit apparaître homogène (Note 1) et convenir à une dilution ultérieure dans l'eau.

7.41.2 **Principes actifs**

7.41.2.1 **Tests d'identité** (Note 2)

Chaque principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.41.2.2 **Teneur en... et [noms communs ISO]** (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 3) et, une fois déterminée, les teneurs moyennes mesurées ne doivent pas différer de de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.41.3 **Impuretés pertinentes**

7.41.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en 7.41.2.2.

7.41.4 **Propriétés physiques**

7.41.4.1 **Acidité** et/ou **alcalinité** (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3) (Note 5), le cas échéant

Acidité maximale: g/kg calculée en H_2SO_4 .

Alcalinité maximale: g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: à

7.41.4.2 **Faculté d'écoulement** (MT 148.1)

« Résidu » maximal:%.

7.41.4.3 **Stabilité de la dispersion** (MT 180) (Note 6)

La formulation, une fois diluée avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit se conformer à ce qui suit:

Temps après avoir laissé reposer la dispersion	Limites de stabilité
0 h	Dispersion initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre » maximum: ml sédiment, maximum: ml
24 h	Re-dispersion complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre » maximum: ml sédiment, maximum: ml

7.41.4.4 Test du tamis humide (MT 185)

Maximum: % de la formulation doit être retenu sur un tamis de μm , aux dilutions spécifiées.

7.41.4.5 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 7)

Maximumml après une minute.

7.41.5 Stabilité au stockage

7.41.5.1 Stabilité à 0 °C (MT 39.3)

Après un stockage à 0 ± 2 °C pendant sept jours, la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- la stabilité de la dispersion (7.41.4.3),
- le test du tamis humide - le test du tamis humide (7.41.4.4),

comme requis.

7.41.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 8), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 9) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.41.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.41.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.41.4.2),
- la stabilité de la dispersion (7.41.4.3),
- le test du tamis humide (7.41.4.4),

comme requis.

Note 1 Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur commercial avec soin. Au repos, les suspensions-émulsions développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur qui peut entraîner l'apparition d'une couche claire sur le dessus ou au fond du récipient. Une couche de sédiments peut également se former au fond du conteneur, qui peut être détectée en sondant avec une baguette en verre. Avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par

7.41 Suspension-émulsions (SE)

exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé). Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond (si la suspension-émulsion a floclulé, il peut ne pas être possible de re-disperser cette couche collante). Tous les essais physiques et chimiques doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif en g/l. Il est préférable, par conséquent, de déterminer la teneur en g/l et, si nécessaire, de déterminer la masse par millilitre, pour déterminer la teneur du principe actif en g/l.

Note 4 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 5 La méthode à utiliser doit être indiquée. Si plusieurs méthodes sont disponibles, une méthode d'arbitrage sera sélectionnée.

Note 6 Ce test sera normalement effectué avant et après le test de la stabilité au froid (7.41.5.1) et à température élevée (7.41.5.2), respectivement. Le test doit être effectué aux taux d'utilisation le plus élevé et le plus bas recommandés.

Note 7 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.

Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 9 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.42 FORMULATIONS MIXTES DE CS ET SC (ZC)

Introduction

ZC est une formulation mixte de CS et SC et est une suspension stable de micro-capsules et de fines particules solides dont chacune contient un ou plusieurs principes actifs. La formulation est destinée à être diluée dans l'eau avant l'application par pulvérisation. La formulation des principes actifs conjointement élimine le besoin de mélanger dans le réservoir, ce qui peut entraîner une incompatibilité, et facilite la lutte contre un plus grand nombre de ravageurs avec un plus petit nombre d'applications. Comme les autres formulations liquides aqueuses, les formulations ZC sont faciles à manipuler et à mesurer, sont sans poussières, ininflammables et offrent une bonne miscibilité avec l'eau.

Un ou plusieurs des ingrédients actifs sont encapsulés pour des objectifs divers, comme accroître l'activité biologique résiduelle, ou réduire la toxicité aiguë ou obtenir une formulation à base d'eau physiquement ou chimiquement stable. L'objectif détermine si le principe actif « libre » et le « taux de libération » sont des propriétés pertinentes d'un produit spécifique.

Les formulations mixtes de CS et SC ne sont pas stables indéfiniment et il est nécessaire de s'assurer que, après le transport et le stockage, la formulation demeure utilisable. La quantification des paramètres suivants, en particulier des tests de stabilités à des températures élevées et basses, vont répondre à cet objectif.

- principe actif, déterminé et exprimé en « total », « libre » et « taux de libération », comme requis;
- faculté d'écoulement;
- tests de spontanéité de la dispersion et du tamis humide (pour s'assurer de la faculté de pulvérisation de la ZC diluée).

Les informations sur d'autres propriétés peuvent également être données, par ex. masse par millilitre (si pertinent), mais ces paramètres ne constituent pas normalement des éléments essentiels de la spécification.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

[nom commun ISO] FORMULATION MIXTE DE CS ET SC

[numéros CIPAC]/ZC (mois & année de publication)

7.42.1 Description

Le produit se compose d'une suspension de fines particules de ...[nom commune ISO] technique conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.../TC (date)], sous la forme de [dérivé, le cas échéant], combinée à une suspension de micro-capsules de ...[nom commun ISO] technique conforme aux exigences de la

spécification de la FAO/OMS [.../TC (date)], sous la forme de [dérivé, le cas échéant], dans une phase aqueuse avec d'autres agents de formulation appropriés. Après avoir été doucement agité, le produit doit apparaître homogène (Note 1) et convenir à une dilution ultérieure dans l'eau.

7.42.2 Principes actifs

7.42.2.1 Tests d'identité (Note 2)

Chaque principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.42.2.2 Teneurs [noms communs ISO]

7.42.2.2.1 Teneur totale [nom commun ISO] (Notes 2 & 3)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 4) et, une fois déterminées, les teneurs moyennes mesurées ne doivent pas différer de celles déclarées de plus des tolérances appropriées, données dans le tableau des tolérances, Section 4.3.2.

7.42.2.2.2 Teneur en [noms communs ISO] libre, non encapsulée (Notes 2 & 3), le cas échéant

La teneur moyenne de ...[nom commun ISO] libre mesurée ne doit pas dépasser ...% de la teneur totale déterminée.

7.42.2.2.3 Taux de libération de [nom commun ISO] (Notes 2 & 3), le cas échéant

Le taux de libération de ...[nom commun ISO] mesuré doit se conformer aux critères suivants:

7.42.3 Impuretés pertinentes

7.42.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Notes 3 & 5), le cas échéant

Maximum: ... % de la teneur totale en [nom commun ISO].

7.42.4 Propriétés physiques

7.42.4.1 Acidité et/ou alcalinité (MT 191) ou **intervalle de pH** (MT 75.3), le cas échéant

Acidité maximale: ...g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: ...g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: ...à...

7.42.4.2 Distribution de la granulométrie (MT 187), le cas échéant

...% des particules doivent être dans la fourchette ... à ... (Note 6)

7.42.4.3 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal:%

7.42.4.4 Spontanéité de la dispersion (MT 160) (Notes 7 & 8)

Un minimum de% de la teneur en [nom commun ISO] mesurée doit être en suspension après 5 minutes dans l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 9).

7.42.4.5 Suspensibilité (MT 184) (Notes 7 & 8)

Un minimum de% de la teneur totale en [nom commun ISO] mesurée doit être en suspension après 30 minutes dans l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 9).

7.42.4.6 Test du tamis humide (MT 185) (Note 10)

Maximum: % de la formulation doit être retenu sur un tamis de μm .

7.42.4.7 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 11)

Maximum: ... ml après une minute.

7.42.5 Stabilité au stockage**7.42.5.1 Stabilité à la congélation/décongélation** (Note 12)

Après avoir subi cycles de congélation/décongélation et après homogénéisation, la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.42.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.42.4.3),
- la spontanéité de la dispersion (7.42.4.4),
- la suspensibilité (7.42.4.5),
- le test du tamis humide (7.42.4.6),

comme requis.

Une augmentation de la teneur en ...[nom commun ISO] libre (7.42.2.2.2) peut être permise, jusqu'à un maximum de ..% de la teneur totale déterminée en 7.42.2.2.1.

7.42.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 13), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 14) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- le taux de libération ...[nom commun ISO] (7.42.2.2.3),
- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.42.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.42.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.42.4.3),
- la spontanéité de la dispersion (7.42.4.4),
- la suspensibilité (7.42.4.5),

- le test du tamis humide (7.42.4.6),
comme requis.

Une augmentation de la teneur en ...[nom commun ISO] libre (7.42.2.2.2) peut être permise, jusqu'à un maximum de ..% de la teneur totale déterminée en 7.42.2.2.1.

Note 1 Tous les essais physiques et chimiques énumérés dans la spécification doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée. Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur commercial avec soin. Au repos, les formulations mixtes de CS et SC développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé). Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond (si la ZC a floculé, il peut ne pas être possible de re-disperser cette couche collante). Une méthode simple et appropriée pour vérifier la présence d'une couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à sonder avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Des tolérances séparées pour la teneur totale doivent être fournies pour chaque principe actif, si leurs concentrations ne sont pas dans une gamme unique, tel que défini dans la Section 4.3.2. Des clauses éparées doivent être fournies pour chaque impureté pertinente.

Des clauses pour la teneur du principe actif libre et le taux de libération du principe actif sont requises uniquement pour les ingrédients actifs encapsulés et uniquement si elles sont appropriées aux propriétés prévues des capsules. Une clause pour contrôler le taux de libération est généralement requise pour les capsules prévues pour posséder des propriétés de libération lente ou contrôlée. Une clause pour contrôler le principe actif libre est généralement requise lorsque l'encapsulation est prévue pour contrôler la libération ou la stabilité du principe actif, ou pour diminuer le risque pour les utilisateurs d'une exposition accidentelle au principe actif. Si plus d'un principe actif est encapsulé, les limites doivent être fournies pour chaque. Les méthodes de détermination du principe actif libre et du taux de libération peuvent être spécifiques au produit.

Note 4 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif (en g/l), si des méthodes autres que OCDE 109 ou MT 3.3 sont utilisées. Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 5 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 6 Les pourcentages peuvent être spécifiés dans une ou plusieurs gammes, selon ce qui convient au produit. La diffraction laser n'est pas toujours adaptée pour mesurer la distribution granulométrique des formulations liquides. Cela doit être évalué par le test du tamis humide 4.5.31 et de la suspensibilité 4.5.43 ou de la stabilité de la dispersion 4.5.44.

Note 7 Le dosage chimique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse du principe actif encore en suspension. Toutefois, lorsque la même limite s'applique à tous

les ingrédients actifs de la formulation, des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du dosage chimique. En cas de litige, la méthode chimique sera la méthode d'arbitrage.

- Note 8 Les limites pour la spontanéité de la dispersion et la suspensibilité doivent être fournies pour chaque principe actif.
- Note 9 À moins qu'une autre température soit spécifiée.
- Note 10 Ce test détecte les grosses particules (par ex. les capsules surdimensionnées, les cristaux) ou les agglomérats (de capsules ou de la formation de croûte), ou de matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le réservoir du pulvérisateur.
- Note 11 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 12 Après la fabrication et durant l'expédition, il est souvent impossible pour le vendeur ou l'acheteur de garantir que la formulation n'a pas été exposée à des températures glaciales. Comme la congélation d'une formulation ZC peut entraîner des changements indésirables et irréversibles, notamment (mais pas seulement) la défaillance de la capsule causée par la cristallisation du principe actif, la capacité de la formulation à résister avec succès à des congélations et décongélations répétées est une propriété importante. Sauf accord contraire, l'essai de la stabilité à la congélation/décongélation doit faire alterner la formulation entre la température ambiante (à savoir 20 ± 2 °C) et -10 ± 2 °C sur des cycles de 18 heures de gel /6 heures de dégel pendant un total de quatre cycles.
- Note 13 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 14 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.43 FORMULATIONS MIXTES DE CS ET EW (ZW)

Introduction

ZW est une formulation mixte de CS et EW et est une dispersion aqueuse stable de micro-capsules et de gouttelettes d'émulsion dont chacune contient un ou plusieurs ingrédients actifs. La formulation est destinée à être diluée dans l'eau avant l'application par pulvérisation. La formulation des principes actifs conjointement élimine le besoin de mélanger dans le réservoir, ce qui peut entraîner une incompatibilité, et facilite la lutte contre un plus grand nombre de ravageurs avec un plus petit nombre d'applications. Comme les autres formulations liquides aqueuses, les formulations ZW sont faciles à manipuler et à mesurer, sont sans poussières, ininflammables et offrent une bonne miscibilité avec l'eau.

Un ou plusieurs des ingrédients actifs sont encapsulés pour des objectifs divers, comme accroître l'activité biologique résiduelle, ou réduire la toxicité aiguë ou obtenir une formulation à base d'eau physiquement ou chimiquement stable. L'objectif détermine si le principe actif « libre » et le « taux de libération » sont des propriétés pertinentes d'un produit spécifique.

Les formulations mixtes de CS et EW ne sont pas stables indéfiniment et il est nécessaire de s'assurer que, après le transport et le stockage, la formulation demeure utilisable. La quantification des paramètres suivants, en particulier des tests de stabilité à des températures élevées et basses, vont répondre à cet objectif.

- principe actif, déterminé et exprimé en « total », « libre » et « taux de libération », comme requis;
- faculté d'écoulement;
- tests de la stabilité de la dispersion et du tamis humide (pour s'assurer de la faculté de pulvérisation de la ZW diluée).

Les informations sur d'autres propriétés peuvent également être données, par ex. masse par millilitre (si pertinent), mais ces paramètres ne constituent pas normalement des éléments essentiels de la spécification.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

[nom commun ISO] FORMULATION MIXTE DE CS ET EW

[numéros CIPAC]/ZW (mois & année de publication)

7.43.1 Description

Le produit se compose d'une émulsion de fines gouttelettes de ... [noms communs ISO] technique conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.../TC (date)], sous la forme de [dérivé, le cas échéant], combinées à une suspension de micro-capsules de ... [nom commun ISO] technique conforme aux exigences de la

spécification de la FAO/OMS [.../TC (date)], sous la forme de [dérivé, le cas échéant], dans une phase aqueuse avec d'autres agents de formulation appropriés. Après avoir été doucement agité, Le produit doit apparaître homogène (Note 1) et convenir à une dilution dans l'eau.

7.43.2 *Ingrédients actifs*

7.43.2.1 **Tests d'identité** (Note 2)

Chaque principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.43.2.2 **Teneurs [noms communs ISO]**

7.43.2.2.1 **Teneur totale** (Notes 2 & 3)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 4) et, une fois déterminées, les teneurs moyennes mesurées ne doivent pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.43.2.2.2 **Teneur libre, non-encapsulée** (Notes 2 & 3), le cas échéant

La teneur moyenne en [nom commun ISO] libre ne doit pas dépasser% de la teneur totale déterminée.

7.43.2.2.3 **Taux de libération** (Notes 2 & 3), le cas échéant

Le taux de libération de [nom commun ISO] mesuré doit se conformer aux critères suivants:

7.43.3 *Impuretés pertinentes*

7.43.3.1 **Sous-produits de la fabrication et du stockage** (Notes 3 & 5), le cas échéant

Maximum: ... % de la teneur totale en [nom commun ISO] mesurée.

7.43.4 *Propriétés physiques*

7.43.4.1 **Acidité et/ou alcalinité** (MT 191) **ou intervalle de pH** (MT 75.3), le cas échéant

Acidité maximale: ...g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: ...g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: ...à...

7.43.4.2 **Distribution de la granulométrie** (MT 187), le cas échéant

...% des particules doivent être dans la fourchette ... à ... (Note 6)

7.43.4.3 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal:%

7.43.4.4 Stabilité (MT 180) (Note 7)

La formulation, une fois diluée à 30 ± 2 °C (Note 8) avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit continuer à se conformer à ce qui suit:

Temps après avoir laissé reposer la dispersion	Limites de stabilité
0 h	Dispersion initiale complète
0.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml Sédiment, maximum: ml
24 h	re-dispersion complète
24.5 h	« crème », maximum: ml « huile libre », maximum: ml sédiment, maximum: ml

7.43.4.5 Test du tamis humide (MT 185) (Note 9)

Maximum:% de la formulation doit être retenu sur un tamis d'essai de ... µm.

7.43.4.6 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 10)

Maximum ... ml après une minute.

7.43.5 Stabilité au stockage

7.43.5.1 Stabilité à la congélation/décongélation (Note 12)

Après avoir subi cycles de congélation/décongélation et après homogénéisation, la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.43.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.43.4.3),
- la stabilité de la dispersion (7.43.4.4),
- le test du tamis humide (7.43.4.5),

comme requis.

Une augmentation de la teneur en ...[nom commun ISO] libre (7.43.2.2.2) peut être permise, jusqu'à un maximum de ..% de la teneur totale déterminée en 7.43.2.2.1.

7.43.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 12), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 13) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.43.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.43.4.1),

- la faculté d'écoulement (7.43.4.3),
- la stabilité de la dispersion (7.43.4.4),
- le test du tamis humide (7.43.4.5),

comme requis.

Une augmentation de la teneur en ...[nom commun ISO] libre (7.43.2.2.2) peut être permise, jusqu'à un maximum de ..% de la teneur totale déterminée en 7.43.2.2.1.

Note 1 Tous les essais physiques et chimiques énumérés dans la spécification doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée. Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur commercial avec soin. Au repos, les formulations ZW développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé). Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond (si la ZW a floculé, il peut ne pas être possible de re-disperser cette couche collante). Une méthode simple et appropriée pour vérifier la présence d'une couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à sonder avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Des tolérances séparées pour la teneur totale doivent être fournies pour chaque principe actif, si leurs concentrations ne sont pas dans une gamme unique, tel que défini dans la Section 4.3.2. Des clauses séparées doivent être fournies pour chaque impureté pertinente.

Des clauses pour la teneur d'ingrédient actif libre et le taux de libération du principe actif sont requises uniquement pour les ingrédients actifs encapsulés et uniquement si elles sont appropriées aux propriétés prévues des capsules. Une clause pour contrôler le taux de libération est généralement requise pour les capsules prévues pour posséder des propriétés de libération lente ou contrôlée. Une clause pour contrôler le principe actif libre est généralement requise lorsque l'encapsulation est prévue pour contrôler la libération ou la stabilité du principe actif, ou pour diminuer le risque pour les utilisateurs d'une exposition accidentelle au principe actif. Si plus d'un principe actif est encapsulé, les limites doivent être fournies pour chaque. Les méthodes de détermination du principe actif libre et du taux de libération peuvent être spécifiques au produit.

Note 4 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif (en g/l), si des méthodes autres que MT 3.3 sont utilisées. Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 5 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et doit être omise s'il n'y en a pas. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 6 Les pourcentages peuvent être spécifiés dans une ou plusieurs gammes, selon ce qui convient au produit. La diffraction laser n'est pas toujours adaptée pour mesurer la distribution granulométrique des formulations liquides. Cela doit être évalué par le test du tamis humide 4.5.31 et de la suspensibilité 4.5.43 ou de la stabilité de la dispersion 4.5.44.

7.43 Formulations mixtes de CS et EW (ZW),

- Note 7 Ce test sera normalement effectué après le test de la stabilité à température élevée. Le test doit être effectué à une dilution de 2% ou, autrement, aux taux d'utilisation le plus élevé et le plus bas recommandés.
- Note 8 À moins qu'une autre température soit spécifiée.
- Note 9 Ce test détecte les grosses particules (par ex. les capsules surdimensionnées, les cristaux) ou les agglomérats (de capsules ou de la formation de croûte), ou de matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le réservoir du pulvérisateur.
- Note 10 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 11 Après la fabrication et durant l'expédition, il est souvent impossible pour le vendeur ou l'acheteur de garantir que la formulation n'a pas été exposée à des températures glaciales. Comme la congélation d'une formulation ZW peut entraîner des changements indésirables et irréversibles, notamment (mais pas seulement) la défaillance de la capsule causée par la cristallisation du principe actif, la capacité de la formulation à résister avec succès à des congélations et décongélations répétées est une propriété importante. Sauf accord contraire, l'essai de la stabilité à la congélation/décongélation doit faire alterner la formulation entre la température ambiante (à savoir 20 ± 2 °C) et -10 ± 2 °C sur des cycles de 18 heures de gel /6 heures de dégel pendant un total de quatre cycles.
- Note 12 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 13 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

7.44 FORMULATIONS MIXTES DE CS ET SE (ZE)

Introduction

ZE est une formulation mixte de CS et SE et est une dispersion aqueuse stable de micro-capsules, de fines particules solides et de gouttelettes d'émulsion dont chacune contient un ou plusieurs ingrédients actifs. La formulation est destinée à être diluée dans l'eau avant l'application par pulvérisation. La formulation des principes actifs conjointement élimine le besoin de mélanger dans le réservoir, ce qui peut entraîner une incompatibilité, et facilite la lutte contre un plus grand nombre de ravageurs avec un plus petit nombre d'applications. Comme les autres formulations liquides aqueuses, les formulations ZW sont faciles à manipuler et à mesurer, sont exempts de poussières, ininflammables et ont une bonne miscibilité avec l'eau.

Un ou plusieurs des ingrédients actifs sont encapsulés pour des objectifs divers, comme accroître l'activité biologique résiduelle, ou réduire la toxicité aiguë ou obtenir une formulation à base d'eau physiquement ou chimiquement stable. L'objectif détermine si le principe actif « libre » et le « taux de libération » sont des propriétés pertinentes d'un produit spécifique.

Les formulations mixtes de CS et SE ne sont pas stables indéfiniment et il est nécessaire de s'assurer que, après le transport et le stockage, la formulation demeure utilisable. La quantification des paramètres suivants, en particulier des tests de stabilité à des températures élevées et basses, vont répondre à cet objectif.

- principe actif, déterminé et exprimé en « total », « libre » et « taux de libération », comme requis;
- faculté d'écoulement;
- tests de la stabilité de la dispersion et du tamis humide (pour s'assurer de la faculté de pulvérisation de la formulation ZE diluée).

Les informations sur d'autres propriétés peuvent également être données, par ex. masse par millilitre (si pertinent), mais ces paramètres ne constituent pas des éléments essentiels de la spécification.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

[noms commun ISO] FORMULATION MIXTE DE CS ET SE

[numéros CIPAC]/ZE (mois & année de publication)

7.44.1 Description

Le produit se compose d'une émulsion de fines gouttelettes de ... [noms communs ISO] technique conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.../TC (date)], sous la forme de [dérivé, le cas échéant], et d'une suspension de fines particules de [noms communs ISO] technique conforme aux exigences de la

spécification de la FAO/OMS [.../TC (date)], sous la forme de [dérivé, le cas échéant], combinées à une suspension de micro-capsules de ...[nom commun ISO] technique conforme aux exigences de la spécification de la FAO/OMS [.../TC (date)], sous la forme de [dérivé, le cas échéant], dans une phase aqueuse avec d'autres agents de formulation appropriés. Après avoir été doucement agité, le produit doit apparaître homogène (Note 1) et convenir à une dilution dans l'eau.

7.44.2 **Principes actifs**

7.44.2.1 **Tests d'identité** (Note 2)

Chaque principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

7.44.2.2 **Teneurs [noms communs ISO]**

7.44.2.2.1 **Teneur totale** (Notes 2 & 3)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C, Note 4) et, une fois déterminées, les teneurs moyennes mesurées ne doivent pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

7.44.2.2.2 **Teneur libre, non-encapsulée** (Notes 2 & 3), le cas échéant

La teneur moyenne de ...[nom commun ISO] libre ne doit pas dépasser% de la teneur totale déterminée.

7.44.2.2.3 **Taux de libération** (Notes 2 & 3), le cas échéant

Le taux de libération de ...[nom commun ISO] mesuré doit se conformer aux critères suivants:

7.44.3 **Impuretés pertinentes**

7.44.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Notes 3 & 5), le cas échéant

Maximum: ... % de la teneur totale de [nom commun ISO] mesurée.

7.44.4 **Propriétés physiques**

7.44.4.1 **Acidité** et/ou **alcalinité** (MT 191) **ou intervalle de pH** (MT 75.3), le cas échéant

Acidité maximale: ...g/kg calculée en H₂SO₄.

Alcalinité maximale: ...g/kg calculée en NaOH.

Intervalle de pH: ...à...

7.44.4.2 **Distribution de la granulométrie** (MT 187), le cas échéant

...% des particules doivent être dans la gamme ... à ... (Note 6)

7.44.4.3 Faculté d'écoulement (MT 148.1)

« Résidu » maximal:%

7.44.4.4 Stabilité de la dispersion (MT 180) (Note 7)

La formulation, une fois diluée avec des eaux-étalons A et D CIPAC, doit continuer à se conformer à ce qui suit:

Temps après avoir laissé reposer la dispersion	Limites de stabilité
0 h	Dispersion initiale complète
0.5 h	« crème », maximum ... ml « huile libre », maximum ... ml sédiment, maximum ... ml
24 h	re-dispersion complète
24.5 h	« crème », maximum ... ml « huile libre », maximum ... ml sédiment, maximum ... ml

7.44.4.5 Test du tamis humide (MT 185) (Note 8)

Maximum:g/kg de la formulation doit être retenu sur un tamis d'essai de ... µm.

7.44.4.6 Mousse persistante (MT 47.3) (Note 9)

Maximum ... ml après une minute.

7.44.5 Stabilité au stockage**7.44.5.1 Stabilité à la congélation/décongélation (Note 10)**

Après avoir subi cycles de congélation/décongélation et après homogénéisation, la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.44.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.44.4.3),
- la stabilité de la dispersion (7.44.4.4),
- le test du tamis humide (7.44.4.5),

comme requis.

Une augmentation de la teneur en ...[nom commun ISO] libre (7.44.2.2.2) peut être permise, jusqu'à un maximum de ..% de la teneur totale déterminée en 7.44.2.2.1.

7.44.5.2 Stabilité à température élevée (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 11), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 12) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (7.44.3.1),
- l'acidité/alcalinité/intervalle de pH (7.44.4.1),
- la faculté d'écoulement (7.44.4.3),
- la stabilité de la dispersion (7.44.4.4),
- le test du tamis humide (7.44.4.5),

comme requis.

Une augmentation de la teneur en ...[nom commun ISO] libre (7.44.2.2.2) peut être permise, jusqu'à un maximum de ..% de la teneur totale déterminée en 7.44.2.2.1.

Note 1 Tous les essais physiques et chimiques énumérés dans la spécification doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée. Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, inspecter le conteneur commercial avec soin. Au repos, les formulations ZE développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant doucement le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient fermé). Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond (si la ZE a floculé, il peut ne pas être possible de re-disperser cette couche collante). Une méthode simple et appropriée pour vérifier la présence d'une couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à sonder avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO et l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Des tolérances séparées pour la teneur totale doivent être fournies pour chaque principe actif, si leurs concentrations ne sont pas dans une gamme unique, tel que défini dans la Section 4.3.2. Des clauses séparées doivent être fournies pour chaque impureté pertinente.

Des clauses pour la teneur d'ingrédient actif libre et le taux de libération du principe actif sont requises uniquement pour les ingrédients actifs encapsulés et uniquement si elles sont appropriées aux propriétés prévues des capsules. Une clause pour contrôler le taux de libération est généralement requise pour les capsules prévues pour posséder des propriétés de libération lente ou contrôlée. Une clause pour contrôler le principe actif libre est généralement requise lorsque l'encapsulation est prévue pour contrôler la libération ou la stabilité du principe actif, ou pour diminuer le risque pour les utilisateurs d'une exposition accidentelle au principe actif. Si plus d'un ingrédient actif est encapsulé, les limites doivent être fournies pour chaque. Les méthodes de détermination du principe actif libre et du taux de libération peuvent être spécifiques au produit.

Note 4 À moins que l'homogénéisation soit menée avec soin, il est possible que l'échantillon devienne aéré. Cela peut mener à des erreurs dans la détermination de la masse par millilitre et dans le calcul de la teneur en principe actif (en g/l) si des méthodes autres que OCDE 109 ou MT 3.3 sont utilisées. Si l'acheteur exige à la fois g/kg et g/l à 20 °C, alors en cas de litige les résultats d'analyse seront calculés en g/kg.

Note 5 Cette clause doit inclure seulement les impuretés pertinentes et doit être omise s'il n'y en a pas. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 6 Les pourcentages peuvent être spécifiés dans une ou plusieurs gammes, selon ce qui convient au produit. La diffraction laser n'est pas toujours adaptée pour mesurer la

7.1 Mosquito coils (MC), continued

distribution granulométrique des formulations liquides. Cela doit être évalué par le test du tamis humide 4.5.31 et de la suspensibilité 4.5.43 ou de la stabilité de la dispersion 4.5.44.

- Note 7 Ce test sera normalement effectué avant et après le test de la stabilité à la congélation/décongélation (7.44.5.1) et à température élevée (7.44.5.2), respectivement. Le test doit être effectué à une dilution de 2% ou, autrement, aux taux d'utilisation le plus élevé et le plus bas recommandés.
- Note 8 Ce test détecte les grosses particules (par ex. les capsules surdimensionnées, les cristaux) ou les agglomérats (de capsules ou de la formation de croûte), ou les matières étrangères qui pourraient provoquer le blocage des buses du pulvérisateur ou des filtres dans le réservoir du pulvérisateur.
- Note 9 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur. Le test est à mener dans de l'eau-étalon D CIPAC.
- Note 10 Après la fabrication et durant l'expédition, il est souvent impossible pour le vendeur ou l'acheteur de garantir que la formulation n'a pas été exposée à des températures glaciales. Comme la congélation d'une formulation ZE peut entraîner des changements indésirables et irréversibles, notamment (mais pas seulement) la défaillance de la capsule causée par la cristallisation du principe actif, la capacité de la formulation à résister avec succès à des congélations et décongelations répétées est une propriété importante. Sauf accord contraire, l'essai de la stabilité à la congélation/décongélation doit faire alterner la formulation entre la température ambiante (à savoir 20 ± 2 °C) et -10 ± 2 °C sur des cycles de 18 heures de gel /6 heures de dégel pendant un total de quatre cycles.
- Note 11 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.
- Note 12 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

8. DIRECTIVES RELATIVES AUX SPÉCIFICATIONS DES PESTICIDES FORMULÉS ET/OU PRÉPARÉS COMME DISPOSITIFS D'APPLICATION

SYSTÈMES DE VAPORISATION THERMIQUE DU PRINCIPE ACTIF

- 8.1 Spirales anti-moustiques (MC)
- 8.2 Plaquettes électriques (MV)
- 8.3 Vaporisateurs pour liquides (LV)

SYSTÈMES POUR L'ASPERSION DE SOLUTIONS ET D'AUTRES LIQUIDES

- 8.11 Asperseur aérosol (AE)

SYSTÈMES DE BARRIÈRES ET DE LIBÉRATION CONTRÔLÉE

- 8.21 Filets insecticides de longue durée contre les insectes (LN)
- 8.22 Formulations à libération par matrice (MR)
- 8.23 Sac de stockage longue durée (LB)

8.1 SPIRALES ANTI-MOUSTIQUES (MC)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] SPIRALES ANTI-MOUSTIQUES

[numéro CIPAC]/MC (mois & année de publication)

Le matériau, échantillonné dans n'importe quelle partie de la cargaison conformément à la procédure décrite dans la Note 1 ou toute autre procédure acceptable, doit se conformer à la spécification.

8.1.1 *Description*

Le produit doit se composer de technique [nom commun ISO] conforme aux exigences de la(les) spécifications de l'OMS, sous la forme de (voir Section 4.2), avec des charges organiques capables d'une bonne consommation, un liant et des additifs comme des synergistes, un colorant et un fongicide, formulé sous la forme d'une spirale. La spirale doit brûler sans produire aucune flamme sauf au début, et doit être facilement éteignable après allumage de la bobine.

8.1.2 *Principe actif*

8.1.2.1 **Tests d'identité** (Note 2)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

8.1.2.2 **Teneur en [nom commun ISO]** (Note 2)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée et, quand elle est déterminée sur la base du poids sec (g/kg), la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

8.1.3 *Impuretés pertinentes*

8.1.3.1 **Sous-produits de fabrication ou de stockage** (Note 3), si requis

Maximum:% teneur en [nom commun ISO] trouvée en 8.1.2.2.

8.1.3.2 **Eau** (CIPAC MT 30.2) (Note 4), le cas échéant

Maximum: ... g/kg.

8.1.4 Propriétés physiques**8.1.4.1 Poids moyen des spirales** (Note 5)

Le poids moyen des spirales doit être déclaré (en g) et lorsqu'il est déterminé sur 20 spirales unique, le poids moyen ne doit pas différer de celui déclaré de plus de $\pm 10\%$.

8.1.4.2 Temps de combustion (Note 6)

Le temps moyen de combustion déterminé à partir de cinq spirales uniques, qui doivent brûler en permanence dans une atmosphère sans courant d'air, ne doit pas être inférieur à celui déclaré.

8.1.4.3 Force de la spirale (Note 7)

Chacune des 20 spirales uniques doit pouvoir supporter une charge minimale de 120 g sans se briser.

8.1.4.4 Séparation des spirales « jumelles » (Note 8)

La spirale anti-moustiques, si elle est dans une forme « jumelle », doit être correctement fabriquée afin de permettre une séparation facile. Lorsque 50 spirales jumelles sont séparées, pas plus de trois ne doivent se briser.

8.1.5 Stabilité au stockage**8.1.5.1 Stabilité à température élevée (dans l'emballage original de spirales doubles)**

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 9), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% de la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (clause 8.1.2.2) (Note 10) et la formulation doit continuer à se formuler aux clauses pour:

- les sous-produits de fabrication ou de stockage (8.1.3.1),
- le temps de combustion (8.1.4.2),
- la force de la spirale (8.1.4.3),
- la séparation des spirales « jumelles » (8.1.4.4).

Note 1**Échantillonnage****Exigences générales**

- a) Les échantillons doivent être stockés de manière à ce qu'il n'y ait pas de détérioration du matériel.
- b) L'instrument d'échantillonnage doit être propre et sec.
- c) Les échantillons doivent être protégés contre la contamination.

Échantillonnage, test et acceptation

- a) Dans chaque cargaison, tous les cartons contenant des conteneurs du même type constituent un lot.
- b) Des échantillons doivent être prélevés de chaque lot et testés individuellement pour déterminer si le produit se conforme aux exigences spécifiées.

8.1 Spirales anti-moustiques (MC)

- c) Tout échantillon ne se conformant pas aux exigences spécifiées doit être qualifié de défectueux. Le critère d'acceptation sera le nombre maximal d'échantillons défectueux admissibles pour qu'un lot soit accepté.
- d) Le nombre de conteneurs à prélever du lot et le critère d'acceptation sont ceux montrés dans le tableau suivant.

Nombre total de conteneurs dans un lot	Nombre de conteneurs à tester	Critère d'acceptatio n
300 ou moins	3	0
301 à 1200	6	1
1201 à 2000	13	2
2001 à 7000	21	3
7001 à 15000	29	4
15001 à 24000	48	6
24001 à 41000	84	9
Plus de 41000	126	13

- e) Chacun des conteneurs à tester sera prélevé d'un carton différent qui sera sélectionné au hasard. Afin de garantir le caractère aléatoire de la sélection, des tables de nombres aléatoires seront utilisées. Si ces tables ne sont pas disponibles, la procédure suivante peut être adoptée.

En commençant par n'importe quel carton, compter les cartons comme 1, 2, 3..... r de manière systématique. Chaque r^e carton sera prélevé, r étant la partie intégrale de N/n, où N est le nombre total de cartons dans le lot et n le nombre cartons à sélectionner.

Préparation des échantillons d'essai

- a) Une quantité suffisante d'échantillons est sélectionnée en prenant au hasard une spirale de forme double dans chaque boîte individuelle de l'échantillon réduit. Du nombre total de spirales sélectionnées, suffisamment d'échantillons de spirales doivent être réservés à l'examen de la conformité aux exigences des caractéristiques physiques 8.1.4.1, 8.1.4.2 et 8.1.4.4.
- b) Les spirales restantes sont broyées dans un broyeur à marteau pour passer à travers un tamis de 1 mm et réservées au test de conformité à 8.1.2.2, 8.1.3.1 et 8.1.3.2. Ces groupes d'échantillons constituent les échantillons d'essai. Chaque ensemble d'échantillons d'essai doit être emballé et étiqueté, en tenant compte des exigences générales de la Note 1.

Note 2 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 3 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 4 Normalement, la teneur en eau ne doit pas excéder 120g/kg.

Note 5 Le poids moyen type par spirale est de 12 g.

Note 6 Un temps de combustion type doit être de 7,5 heures afin de garantir que la spirale brûle pendant un temps approximativement équivalent à la durée normale du sommeil. Toutefois, dans certaines circonstances qui doivent être indiquées sur l'étiquette, le temps de combustion peut être accru ou réduit en conséquence.

Note 7 Méthode de détermination de la charge de rupture/résistance à la traction de la spirale anti-moustiques (une méthode alternative et acceptable peut être utilisée).

Appareil

Dispositif en plastique (Figure 1, fin de la note).

Balance à ressort (par exemple Attonic MP-2) avec une gamme de 0 to 200 ± 5 g, étalonné avec précision (Figure 2, fin de la section).

Échantillonnage

Sélectionner 20 boîtes de spirales anti-moustiques au hasard et prendre une seule spirale de chaque boîte. Jeter les spirales uniques qui sont fractionnées ou fendues du fait d'une séparation non soignée lors du processus de sélection. Soumettre les 20 spirales uniques au test de la charge de rupture.

Procédure

Une spirale anti-moustiques est placée à l'intérieur d'un dispositif en plastique, soutenue par des encoches de chaque côté de façon à ce que d'un côté l'encoche ne soutient que deux centimètres de la spirale à l'extrémité. La spirale et le dispositif en plastique sont placés sur la plateforme plate d'une balance enregistreuse d'une capacité de 500 g. Le bout pointu de la vis est abaissé et réglé pour arriver au cœur de la spirale. La vis est alors tournée doucement et graduellement dans le sens des aiguilles d'une montre en pressant sur la spirale anti-moustiques jusqu'à ce qu'elle se brise. L'inscription sur la balance est enregistrée au point de rupture. La spécification minimale pour la spirale standard est de 120 g. Répéter la procédure ci-dessus pour les 19 spirales restantes.

Note 8 Méthode pour la séparation de spirales anti-moustiques jumelées.

Procédure

- a) Briser les points de connexion aux extrémités des spirales, et tenir ensuite le cœur des spirales avec le pouce et l'index.
- b) Les pousser délicatement dans la direction opposée et les séparer pour en faire des spirales uniques. Une légère torsion peut être faite si nécessaire.

Résultats

La séparation des spirales jumelées est considérée comme satisfaisante s'il n'y a aucune rupture.

Note 9 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 10 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

Note 11 Un conteneur unitaire type contient 5 spirales doubles.

Note 12 Chaque conteneur unitaire doit contenir au moins un support pour spirale anti-moustiques.

Note 13 Le support de la spirale anti-moustiques doit être fait dans un matériau ininflammable approprié qui peut maintenir stable la spirale en train de se consumer.

8.1 Spirales anti-moustiques (MC)

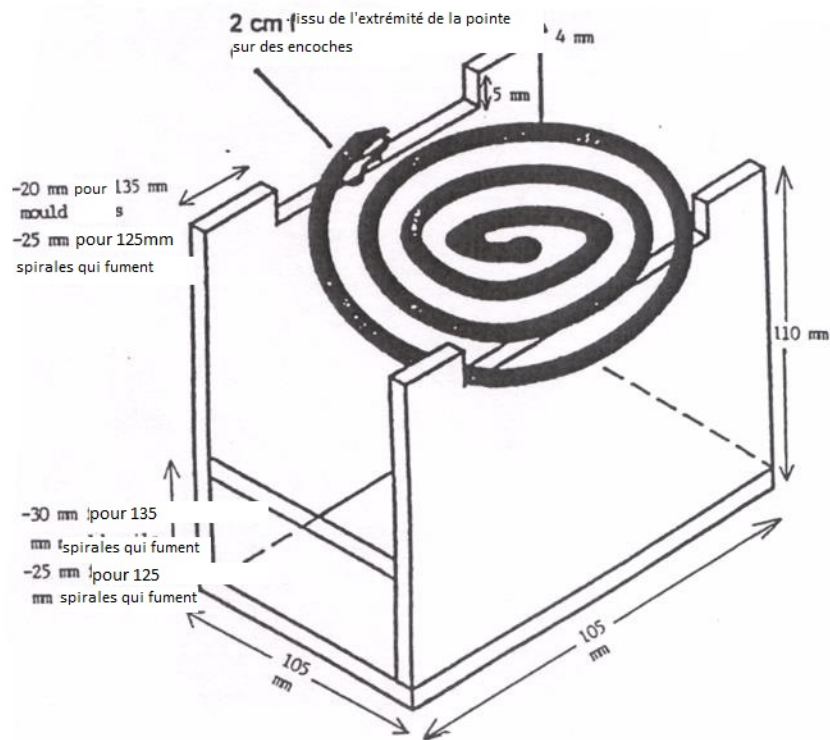
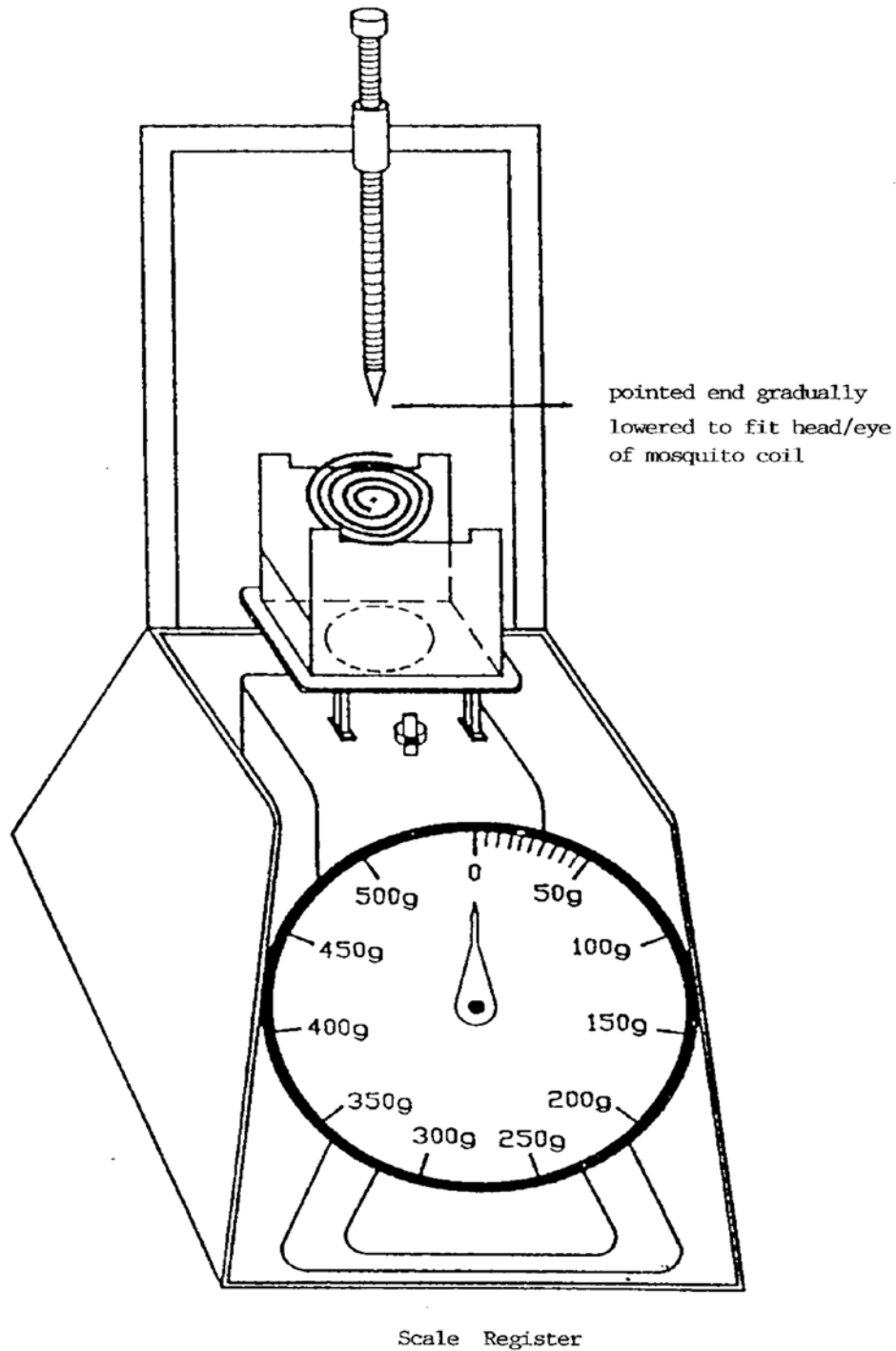


Figure 1. spirale anti-moustiques soutenue par un dispositif en plastique en position

Figure 2 Méthode de détermination de la charge de rupture/force de tension de la spirale anti-moustiques



8.2 PLAQUETTES ÉLECTRIQUES (MV)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] PLAQUETTES ÉLECTRIQUES

[numéro CIPAC]/MV (mois et année de publication)

Le produit, prélevé dans n'importe quelle partie de la cargaison conformément à la procédure décrite dans la Note 1 ou toute autre procédure acceptable, doit se conformer à la spécification.

8.2.1 Description

La plaquette électrique se compose d'une plaquette en pâte de papier, ou toute autre matière inerte appropriée, imprégnée d'insecticide. Des stabilisateurs, des synergistes, des agents à libération lente, des parfums et des agents colorants peuvent être ajoutés. La plaquette est prévue pour être utilisée dans une unité chauffante (Note 2) conçu pour produire une lente volatilisation du principe actif. Le [nom commun ISO] matériel technique utilisé dans la fabrication de la plaquette doit se conformer aux exigences la spécification de l'OMS.....

8.2.2 Principe actif

8.2.2.1 Tests d'identité (Note 3)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

8.2.2.2 Teneur en [nom commun ISO] (Note 3)

La teneur en..... [nom commun ISO] doit être déclarée (mg/plaquette) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de celle déclarée de plus de ± 15 pour cent.

8.2.3 Impuretés pertinentes

8.2.3.1 Sous-produits de fabrication ou de stockage (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur en [nom commun ISO] trouvée en vertu de 8.2.2.2.

8.2.4 Propriétés physiques**8.2.4.1 Taille de la plaquette** (Note 5)

La taille de la plaquette doit être compatible avec l'appareil de chauffage associé.

8.2.4.2 Taux d'évaporation

Après avoir chauffé la plaquette sur l'appareil de chauffage approprié pendant quatre heures, il doit rester au minimum 20 pour cent de la teneur en principe actif trouver dans le cadre de 8.2.2.2.

8.2.5 Stabilité au stockage**8.2.5.1 Stabilité à température élevée**

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 6), la teneur moyenne déterminée du principe actif ne doit pas être inférieure à.....% de la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 7) et la formulation doit continuer à se formuler aux clauses pour:

- les sous-produits de fabrication ou de stockage (8.2.3.1).

Note 1 Échantillonnage*Exigences générales*

- a) Les échantillons doivent être stockés de manière à ce qu'il n'y ait pas de détérioration du matériel.
- b) L'instrument d'échantillonnage doit être propre et sec.
- c) Les échantillons doivent être protégés contre la contamination.

Échantillonnage, test et acceptation

- a) Dans chaque cargaison, tous les cartons contenant des conteneurs du même type constituent un lot.
- b) Des échantillons doivent être prélevés de chaque lot et testés individuellement pour déterminer si le produit se conforme aux exigences spécifiées.
- c) Tout échantillon ne se conformant pas aux exigences spécifiées doit être qualifié de défectueux. Le critère d'acceptation sera le nombre maximal d'échantillons défectueux admissibles pour qu'un lot soit accepté.
- d) Le nombre de plaquettes à prélever du lot et le critère d'acceptation sont ceux montrés dans le tableau suivant.

Nombre total de conteneurs dans un lot	Nombre de plaquettes à tester	Critère d'acceptation
300 ou moins	3	0
301 à 1200	6	1
1201 à 2000	13	2
2001 à 7000	21	3
7001 à 15000	29	4
15001 à 24000	48	6
24001 à 41000	84	9
Plus de 41000	126	13

- e) Chacune des plaquettes à tester sera prélevée d'un carton différent qui sera sélectionné au hasard. Afin de garantir le caractère aléatoire de la sélection, des tables de nombres aléatoires seront utilisées. Si ces tables ne sont pas disponibles, la procédure suivante peut être adoptée.

8.2 Plaquettes électriques (MV)

En commençant par n'importe quel carton, compter les cartons comme 1, 2, 3..... r de manière systématique. Chaque r^e carton sera prélevé, r étant la partie intégrale de N/n, où N est le nombre total de cartons dans le lot et n le nombre cartons à sélectionner.

Note 2 L'unité de chauffage doit se conformer à toutes les normes nationales pertinentes en matière de sécurité.

Note 3 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 4 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 5 Cette clause sert à garantir une insertion et un enlèvement faciles de la plaquette. La taille type d'une plaquette est de 35 mm sur 22 mm, pour une épaisseur de 2,6 mm.

Note 6 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 7 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

8.3 VAPORISATEURS POUR LIQUIDES (LV)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] VAPORISATEURS POUR LIQUIDES

[numéro CIPAC]/LV (mois et année de publication)

Le produit, prélevé dans n'importe quelle partie de la cargaison conformément à la procédure décrite dans la Note 1 ou toute autre procédure acceptable, doit se conformer à la spécification.

8.3.1 *Description*

Le produit consiste en une formulation d'insecticide liquide dans une cartouche/bouteille (Figure 1), conçue pour s'adapter à un appareil de chauffage approprié (Note 2), et la formulation doit être efficace lorsqu'elle passe à travers la mèche chauffée et s'évapore à un taux approprié pendant la durée annoncée par le fabricant. La cartouche/bouteille doit être conçue pour minimiser le risque d'ingestion accidentelle du contenu. Le..... [nom commun ISO] matériel technique utilisé dans la fabrication du vaporisateur pour liquides doit se conformer aux exigences de la spécification de l'OMS.....

8.3.2 *Principe actif*

8.3.2.1 **Test d'identité** (Note 3)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

8.3.2.2 **Teneur en [nom commun ISO]** (Note 3)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg ou g/l à 20 ± 2 °C) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances, Section 4.3.2.

8.3.3 *Impuretés pertinentes*

8.3.3.1 **Sous-produits de fabrication ou de stockage** (Note 4), le cas échéant

Maximum:% de la teneur [nom commun ISO] trouvée en vertu de 8.3.2.2.

8.3.4 **Propriétés physiques**

8.3.4.1 **Cartouche/bouteille**

La cartouche/bouteille:

- a) doit être faite dans un matériau approprié résistant à la chaleur;
- b) doit avoir une forme et une taille appropriées pour s'adapter à l'appareil de chauffage pour lequel elle a été conçue;
- c) doit tenir fermement la mèche, avec un bouchon empêchant le déversement si la cartouche/bouteille venait à être renversée avec la coiffe de recouvrement;
- d) doit avoir un bouchon à l'épreuve des enfants.

8.3.4.2 **Mèche**

La mèche:

- a) doit être faite dans un matériau poreux approprié résistant à la chaleur;
- b) elle doit dégager suffisamment de formulation insecticide, lorsqu'elle est chauffée à une extrémité, pour que la vaporisation offre un niveau approprié de protection contre les moustiques;
- c) dont le matériau et sa conception sont tels qu'elle peut vaporiser le contenu total de la formulation insecticide de la bouteille/cartouche à laquelle elle est attachée.

8.3.4.3 **Taux de vaporisation**

La mèche et la cartouche/bouteille doivent être conçues et construites de manière à ce que la formulation insecticide se vaporise depuis l'extrémité chauffée de la mèche à un taux constant, ou près d'être constant, pour permettre un taux d'émission constant du principe actif au cours de la période minimale d'efficacité (8.3.4.4). (Note 5)

8.3.4.4 **Période minimale d'efficacité** (Note 5)

La période minimale d'efficacité doit être déclarée et la cartouche/bouteille doit contenir suffisamment de formulation pour permettre au produit de fonctionner pendant au moins la période minimale d'efficacité.

8.3.5 **Stabilité au stockage**

8.3.5.1 **Stabilité à température élevée**

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 6), la teneur moyenne d'ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à.....% la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 7) et formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de fabrication ou de stockage (8.3.3.1),
- période minimale d'efficacité (8.3.4.4).

Note 1 Échantillonnage*Exigences générales*

- a) Les échantillons doivent être stockés de manière à ce qu'il n'y ait pas de détérioration du matériel.
- b) L'instrument d'échantillonnage doit être propre et sec.
- c) Les échantillons doivent être protégés contre la contamination.

Échantillonnage, test et acceptation

- a) Dans chaque cargaison, tous les cartons contenant des bouteilles de recharge de vaporisateurs pour liquide du même type constituent un lot.
- b) Des échantillons doivent être prélevés de chaque lot et testés individuellement pour déterminer si le produit se conforme aux exigences spécifiées.
- c) Tout échantillon ne se conformant pas aux exigences spécifiées doit être qualifié de défectueux. Le critère d'acceptation sera le nombre maximal d'échantillons défectueux admissibles pour qu'un lot soit accepté.
- d) Le nombre de bouteilles de recharge à prélever du lot et le critère d'acceptation sont ceux indiqués dans le tableau suivant.

Nombre total de conteneurs dans un lot	Nombre de conteneurs dans un lot	Critère d'acceptation n
300 ou moins	3	0
301 à 1200	6	1
1201 à 2000	13	2
2001 à 7000	21	3
7001 à 15000	29	4
15001 à 24000	48	6
24001 à 41000	84	9
Plus de 41000	126	13

- e) Chacune des bouteilles de recharge à tester sera prélevée d'un carton grand format différent qui sera sélectionné au hasard. Afin de garantir le caractère aléatoire de la sélection, des tables de nombres aléatoires seront utilisées. Si ces tables ne sont pas disponibles, la procédure suivante peut être adoptée.

En commençant par n'importe quel carton, compter les cartons comme 1, 2, 3..... r de manière systématique. Chaque r^e carton sera prélevé, r étant la partie intégrale de N/n, où N est le nombre total de cartons dans le lot et n le nombre cartons à sélectionner.

Note 2 L'unité de chauffage doit se conformer à toutes les normes nationales pertinentes en matière de sécurité.

Note 3 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 4 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 5 Détermination de la période minimale d'efficacité d'une bouteille de recharge ou d'un vaporisateur pour liquides. Il n'y a aucune méthode d'essai adaptée de disponible.

Note 6 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 7 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

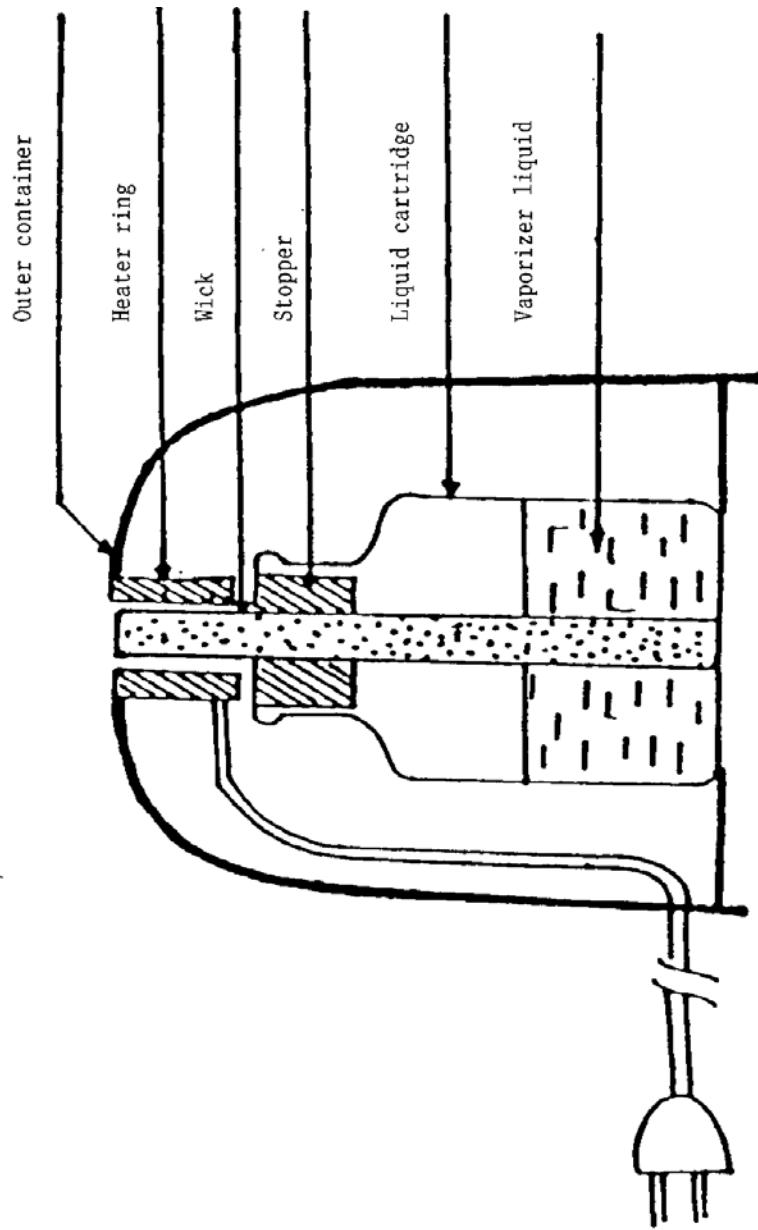


Figure 1. Diagram of the structure of mosquito electric liquid vaporizer (refill bottle and its heating device)

8.11 ASPERSEURS AÉROSOLS (AE)

Introduction

Toutes les caractéristiques qui définissent l'acceptabilité des asperseurs aérosols ne sont pas intégrées dans les lignes directrices de la spécification indiquées ci-dessous.

L'inflammabilité et la distance d'inflammation de la pulvérisation produite par l'asperseur et la formulation sont potentiellement très importantes pour l'utilisateur mais doivent être traitées par l'étiquetage approprié des asperseurs.

La distribution granulométrique des gouttelettes de la pulvérisation est pertinente en ce qui concerne le risque pour l'opérateur et peut influencer l'efficacité. Pour l'instant, la mesure est complexe et l'interprétation des résultats n'est pas simple, et par conséquent aucune clause n'est incluse.

Les asperseurs aérosols sont censés résister à la corrosion pour une durée minimale de deux ans à compter de la date de diffusion par le fabricant. Dans l'idéal, les spécifications incluront une clause pour définir la résistance à la corrosion de l'asperseur. Pour l'instant, il n'y a aucune méthode concrète de disponible pour prédire si oui ou non l'intégrité structurelle sera compromise dans les deux ans et par conséquent aucune clause ne peut être incluse. Les fabricants, les utilisateurs d'aérosols et/ou les autres parties intéressées sont invités à élaborer et proposer des méthodes simples basées sur les conditions habituelles afin que cette omission importante puisse être rectifiée.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. Si deux ingrédients actifs ou plus sont co-formulés, ils doivent avoir des spécifications séparées. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [nom commun ISO] ASPERSEURS AÉROSOLS

[numéro CIPAC]/AE (mois et année de publication)

Le produit, prélevé dans n'importe quelle partie de la cargaison conformément à la procédure décrite dans la Note 1 ou toute autre procédure acceptable, doit se conformer à la spécification.

8.11.1 Description

Le produit doit consister en une formulation liquide dans un asperseur aérosol pressurisé non-rechargeable contenant un ou des agents propulsif(s), un ou des synergiste(s) et d'autres agents de formulation (voir Note 2, pour les restrictions sur les solvants et agents propulsifs), le cas échéant, prévus pour la libération du principe actif dans l'air sous forme d'un aérosol. Le produit technique (nom(s) commun(s) ISO sous la ou les formes de (voir Section 4.2), utilisé dans la fabrication de la formulation doit se conformer aux exigences des spécifications de l'OMS.....

8.11.2 *Principe actif et synergiste*

8.11.2.1 **Tests d'identité du principe actif** (Notes 3 et 4)

Le principe actif doit se conformer à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

8.11.2.2 **Teneur [nom commun ISO du principe actif]** (Notes 3 et 4)

La teneur en [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg) et, quand elle est déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances Section 4.3.2.

8.11.2.3 **Teneur [nom commun ISO du synergiste ISO]** (Notes 4, 5 et 6), le cas échéant

La teneur [nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de la teneur déclarée d'une quantité supérieure à celles indiquées dans le tableau sur les tolérances appropriées, données dans le tableau des tolérances, Section 4.3.2.

8.11.3 *Impuretés pertinentes*

8.11.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Notes 4 et 7), le cas échéant

Maximum:% de la teneur de [nom commun ISO] trouvée en vertu de 8.11.2.2.

8.11.4 *Propriétés physiques*

8.11.4.1 **Teneur nette de formulation**

La teneur nette minimale doit être déclarée (kg) et, une fois déterminée, la teneur nette moyenne ne doit pas être inférieure à celle déclarée.

8.11.4.2 **Pression interne** (Note 8 et Figure 1)

La pression nominale maximale de l'asperseur doit être déclarée sur l'étiquette et, lorsqu'elle est mesurée à 30 ± 2 °C, la pression interne ne doit pas dépasser.....% de la pression nominale maximale.

8.11.4.3 **Taux de décharge** (Note 9)

Le taux de décharge de l'asperseur rempli doit être dans la fourchette de..... à g formulation/sec.

8.11.4.4 **Fourchette du pH** (applicable uniquement aux formulations à base d'eau) (Note 10)

Intervalle de pH: à

8.11.4.5 Encrassement des valves des asperseurs aérosols

Aucun encrassement ne doit se produire lorsque les valves des asperseurs sont testées selon la procédure décrite dans la Note 11 ou toute autre méthode acceptable.

8.11.5 Stabilité au stockage

8.11.5.1 Stabilité à température élevée

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 12), la moyenne déterminée de la teneur en principe actif ne doit pas être inférieure de% par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 13) et la formulation doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (8.11.3.1),
- et
- le poids combiné du conteneur et des conteneurs ne doit pas être inférieur à ...% du poids original.

Note 1 Échantillonnage

Exigences générales

- a) Les échantillons doivent être stockés de manière à ce qu'il n'y ait pas de détérioration du matériel.
- b) L'instrument d'échantillonnage doit être propre et sec.
- c) Les échantillons doivent être protégés contre la contamination.

Échantillonnage, test et acceptation

- a) Dans chaque cargaison, tous les cartons grand format contenant des conteneurs du même type constituent un lot.
- b) Des échantillons doivent être prélevés de chaque lot et testés individuellement pour déterminer si le produit se conforme aux exigences spécifiées.
- c) Tout échantillon ne se conformant pas aux exigences spécifiées doit être qualifié d'endommagé. Le critère d'acceptation sera le nombre maximal d'échantillons endommagés admissibles pour qu'un lot soit accepté.
- d) Le nombre de conteneurs à prélever du lot et le critère d'acceptation sont ceux indiqués dans le tableau suivant.

Nombre total de conteneur dans un lot	Nombre de conteneurs à tester	Critère d'acceptation
300 ou moins	3	0
301 à 1200	6	1
1201 à 2000	13	2
2001 à 7000	21	3
7001 à 15000	29	4
15001 à 24000	48	6
24001 à 41000	84	9
Plus de 41000	126	13

- e) Chacun des conteneurs à tester sera prélevé d'un carton grand format différent qui sera sélectionné au hasard. Afin de garantir le caractère aléatoire de la sélection, des tables de nombres aléatoires seront utilisées. Si ces tables ne sont pas disponibles, la procédure suivante peut être adoptée.

8.11 Asperseurs aérosols (AE)

En commençant par n'importe quel carton, compter les cartons comme 1, 2, 3..... r de manière systématique. Chaque r^e carton sera prélevé, r étant la partie intégrale de N/n, où N est le nombre total de cartons dans le lot et n le nombre cartons à sélectionner.

Note 2 Solvants dont l'utilisation n'est pas autorisée dans les aérosols:

benzène
2-butoxyéthanol (éthylène glycol monobutyl éther)
2-butoxyéthylacétate (éthylène glycol monobutyl éther acétate)
tétrachlorure de carbone
chlorobenzène
chloroforme
1,2-dichloroéthane (éthylène dichloride)
2-éthoxyéthyle (éthylène glycol monoéthyl éther)
2-éthoxyéthylacétate (éthylène glycol monoéthyl éther acétate)
n-hexane
2-hexanone (methyl n-butyl ketone)
2-methoxy éthanol (éthylène glycol monométhyl éther)
2-methoxyethylacetate (éthylène glycol monométhyl éther acétate)
tétrachloroéthylène
trichloroéthylène.

Agents propulsifs. Le Protocole de Montréal et la directive de l'UE¹ sur le retrait des chlorofluorocarbones (CFC) des aérosols ont été notés. L'utilisation de gaz hydrocarbures comme propulseurs est recommandée pour les aérosols insecticides, sous réserve que les normes internationales en matière de sécurité soient respectées par les producteurs d'aérosols. L'industrie doit être encouragée à développer des alternatives et des systèmes de propulsion et de diffusion plus sûrs.

Note 3 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à l'OMS par l'auteur de la proposition.

Note 4 Pour ôter les contenus de l'asperseur, il faut le peser (à ± 0.01 g, à température ambiante afin qu'il soit sec sur l'extérieur) et soit le plonger dans la neige carbonique (dioxyde de carbone solide) pendant au moins une heure ou le placer au congélateur (-18 °C ou moins) toute une nuit. Le conteneur doit ensuite être transféré dans une hotte et, avec une protection appropriée, le conteneur doit être perforé vers le haut avec un instrument pointu, en faisant un ou des trous suffisamment larges pour l'introduction à venir et l'enlèvement du solvant d'extraction. Laisser l'agent propulsif s'évaporer en laissant le contenu grimper à la température ambiante sans appliquer de chauffage supplémentaire. À l'aide d'un solvant adapté (approprié pour le principe actif et le synergiste), rincer soigneusement le contenu de l'asperseur dans une flasque jaugée et ajuster au trait de jauge avec le solvant. Si possible, utiliser un solvant qui n'enlèvera pas la peinture ou tout autre revêtement externe. À l'aide d'une méthode d'analyse adaptée, déterminer la masse du principe actif et du synergiste dans les rinçures. Sécher l'asperseur rincé et le repeser pour déterminer la masse de formulation qu'il contenait. Utiliser cette valeur pour exprimer la teneur en principe actif et en synergiste sur une base g/kg.

Note 5 Si l'identité du synergiste est considérée comme confidentielle, la JMPS examinera les exigences de cette clause au cas par cas.

Note 6 La ou les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs ou la CIPAC ou l'AOAC.

Note 7 Cette clause doit inclure uniquement les impuretés pertinentes et l'intitulé doit être modifié pour refléter le nom de l'impureté pertinente. Les méthodes d'analyse doivent être validées par les pairs.

Note 8 Détermination de la pression dans les emballages aérosols finis¹.
Introduction

¹ Union européenne.

¹ Fédération européenne des aérosols, (49 square Marie-Louise, 1000 Bruxelles, Belgique).

La détermination de la pression existant dans les emballages aérosols finis est nécessaire pour vérifier que la pression réelle est compatible avec les limites de pression de l'emballage, et en accord avec la réglementation en vigueur.

La pression réelle est la pression relative donnée par un manomètre précis à une température donnée.

Objectif

La détermination de la pression réelle dans l'emballage aérosol prêt à l'emploi:

- a) de manière à ce que la mesure affecte le moins possible la valeur de la pression réelle;
- b) de manière à ce que le manomètre ne soit pas pollué par le produit sous pression présent dans l'emballage.

Portée

La méthode est recommandée pour la détermination de la pression réelle de tous les emballages aérosols remplis.

Dispositif

Est nécessaire ce qui suit:

- a) une source de gaz de référence (azote par exemple) dont la pression peut être réglée au moyen d'une valve de contrôle;
- b) un manomètre de haute précision, si possible à bain d'huile et adapté pour convenir au conteneur aérosol sur lequel sera effectuée la mesure (Figure 1).

Le dispositif doit être assemblé de telle manière que, à l'état de repos, le manomètre est connecté au gaz de référence (la pression de ce gaz étant légèrement plus élevée que la pression réelle dans l'emballage) et, pour prendre la mesure, le manomètre est connecté à l'intérieur de l'emballage pour montrer la pression réelle.

Opération

- a) S'assurer que l'asperseur aérosol est soigneusement équilibré à 30 ± 2 °C.
- b) L'appareil de mesure doit être équipé d'un adaptateur approprié pour la valve employée.
- c) La pression du gaz de référence doit être réglée à une valeur légèrement supérieure à la pression attendue de l'asperseur.
- d) Appliquer l'appareil de mesure sur la valve et presser légèrement afin d'ouvrir la valve et la culasse de l'appareil.
- e) Lire la pression réelle sur le manomètre lorsque l'aiguille s'est stabilisée.

Exactitude de la mesure

La mesure de la pression réelle doit être la plus exacte:

- a) avec les plus grandes tailles d'asperseurs aérosols;
- b) avec seulement une petite différence de pression entre le gaz de référence et la pression réelle de l'asperseur (le cas échéant, des mesures peuvent être faites sur des asperseurs supplémentaires après avoir ajusté la pression du gaz de référence à une valeur très proche de la pression réelle);
- c) si le volume mort du manomètre est petit (moins de 2 ml).

Rapport de l'essai

Le rapport de l'essai doit indiquer, en plus des résultats et des conditions de l'essai, tous les détails opérationnels pertinents non spécifiés dans la méthode, en particulier s'ils sont soupçonnés d'avoir influencé les résultats.

Notes

- 5.1 Il est nécessaire de recalibrer le manomètre fréquemment, par exemple à l'aide d'une balance manométrique.
- 5.2 Un clapet anti-retour peut être inséré dans l'appareil pour éviter que le produit aérosol pénètre dans le manomètre si la pression du gaz de référence est par inadvertance beaucoup plus faible que la pression réelle dans l'asperseur.

Note 9 Évaluation du taux de décharge des asperseurs aérosols remplis¹

Portée

La méthode est applicable à la majorité des aérosols commercialisés à présent. Elle peut être utilisée, avec discernement, pour l'asperseur équipé de robinets de phase vapeur où il y aura une composition sans cesse changeante tandis que les contenus sont déchargés. Elle n'est pas adaptée pour être utilisée dans la position inversée pour les asperseurs avec

¹ Fédération européenne des aérosols, (49 square Marie-Louise, 1000 Bruxelles, Belgique).

des robinets de phase vapeur, car il y aura une décharge erratique dépendant de la teneur en liquide du tube plongeur. Lorsque les asperseurs sont prévus pour être utilisés dans une position inversée, il est vital que l'essai soit fait de cette manière. Il est important que les tests de décharge suivent les instructions d'emploi données sur l'asperseur. La méthode n'est pas prévue pour être utilisée avec des valves doseuses.

Principe

Le taux de décharge d'un asperseur aérosol est déterminé en mesurant la quantité de matériel expulsé par la valve dans le temps imparti. La durée exacte de la décharge, normalement 10 secondes, et la température de l'asperseur doivent être soigneusement contrôlées pour une bonne reproductibilité. Normalement le test est répété trois fois pour donner trois déterminations mais, dans le cas de produits remplis avec des valves de robinets de phase vapeur, il est préférable de réduire l'intervalle de décharge à 5 secondes et le nombre de déterminations à deux. Ceci pour minimiser la variation dans la composition qui se produira lorsque les contenus sont pulvérisés. Il y aura une perte de précision en utilisant une durée plus courte de décharge.

Par ailleurs, le taux de décharge peut être déterminé à différents stades de la vidange de l'asperseur, (par exemple 90%, 70%, 50%, 30% et 10% de remplissage) ce qui permet ensuite d'analyser la répartition géographique des valeurs. Lorsque la composition change pendant la vidange, cela offre un moyen particulièrement pratique de montrer l'effet de ce changement. Dans le cas d'échantillons pour l'essai de stockage, un seul essai est normalement effectué à chaque examen afin de conserver les contenus.

Dispositif

Un bain d'eau à $25\text{ °C} \pm 0.5\text{ °C}$, un chronomètre précis à 0,2 seconde, une balance précise à 0,1 g et un manomètre précis à 2 psig ($0,1\text{ kg.cm}^{-2}$) sont nécessaires.

Procédure

- a) La valve de l'asperseur aérosol doit être manipulée conformément aux instructions de l'étiquette et la valve doit fonctionner pendant au moins cinq secondes afin d'enlever le produit dans le tube plongeur qui peut ne pas être homogène avec la majeure partie du remplissage.
- b) L'asperseur aérosol doit être immergé dans un bain d'eau maintenu à $25\text{ °C} \pm 0.5\text{ °C}$ pendant une demi-heure, ou pendant suffisamment longtemps pour que le contenu atteigne la température de l'eau du bain.
- c) L'asperseur aérosol doit être enlevé du bain d'eau, être complètement essuyé, la valve doit fonctionner une seconde pour enlever l'eau qui s'y trouverait, la pression interne de l'asperseur doit être mesurée et l'asperseur doit être pesé à 0,1g près.
- d) L'asperseur aérosol doit ensuite être secoué pendant trois secondes à la main ou par tout autre moyen approprié, et la valve doit fonctionner entièrement ouverte pendant 10 secondes mesurées par le chronomètre. Pendant la décharge, l'asperseur doit être positionné comme indiqué dans le mode d'emploi.
- e) L'asperseur aérosol doit ensuite être essuyé pour enlever tout liquide et être repesé à 0,1 g près.

Les procédures (b) à (d) doivent être répétées deux fois ou plus et la pression interne des asperseurs doit être de nouveau mesurée.

Calcul

La différence de poids découlant de la procédure (e) et de la procédure (c) doit être divisée par 10 (sec). Les résultats ne doivent pas différer de plus de 0,1 g de la moyenne des trois résultats. Si l'on trouve une plus grande différence, au moins deux lectures supplémentaires doivent être prises.

Rapport

Rapporter les taux de décharge de la valve en g.sec^{-1} à la pression moyenne mesurée de l'asperseur. La méthode, par ex. 3 x 10 sec, 2 x 5 sec ou 1 x 5 sec (90%....50%....10%) de pulvérisation, etc., doit être mentionnée.

Notes

- a) Lorsque les taux de décharge sont déterminés à différents stades de la vidange de l'emballage, il est conseillé de laisser l'emballage atteindre un équilibre de 25 °C dans le bain d'eau, de secouer et de pulvériser pendant 5 sec, de re-secouer vigoureusement et de re-pulvériser pendant 5 autres secondes et de replacer dans le bain d'eau. Cette procédure peut ensuite être répétée jusqu'à ce que le contenu correct de l'emballage soit atteint. Cette procédure plutôt fastidieuse permet d'éviter

des erreurs provenant de la chute de température du contenu de l'emballage durant la pulvérisation prolongée.

- b) Les résultats peuvent montrer des variations d'un échantillon à l'autre plus importantes que prévu par les tolérances normales de fabrication. Cela peut être dû aux variations dans le diamètre de l'orifice de la valve.
- c) Le taux de décharge d'asperseurs aérosols fraîchement préparés ne sera normalement pas le même que pour les échantillons parvenus à « maturité » en raison de l'effet des solvants sur le joint.

Note 10 Le pH peut être déterminé par toute méthode acceptable.

Note 11 Tester les valves des asperseurs aérosols remplis pour l'encrassement

Dispositif

- a) Hotte aspirante
- b) Vêtements et masque de protection.

Procédure

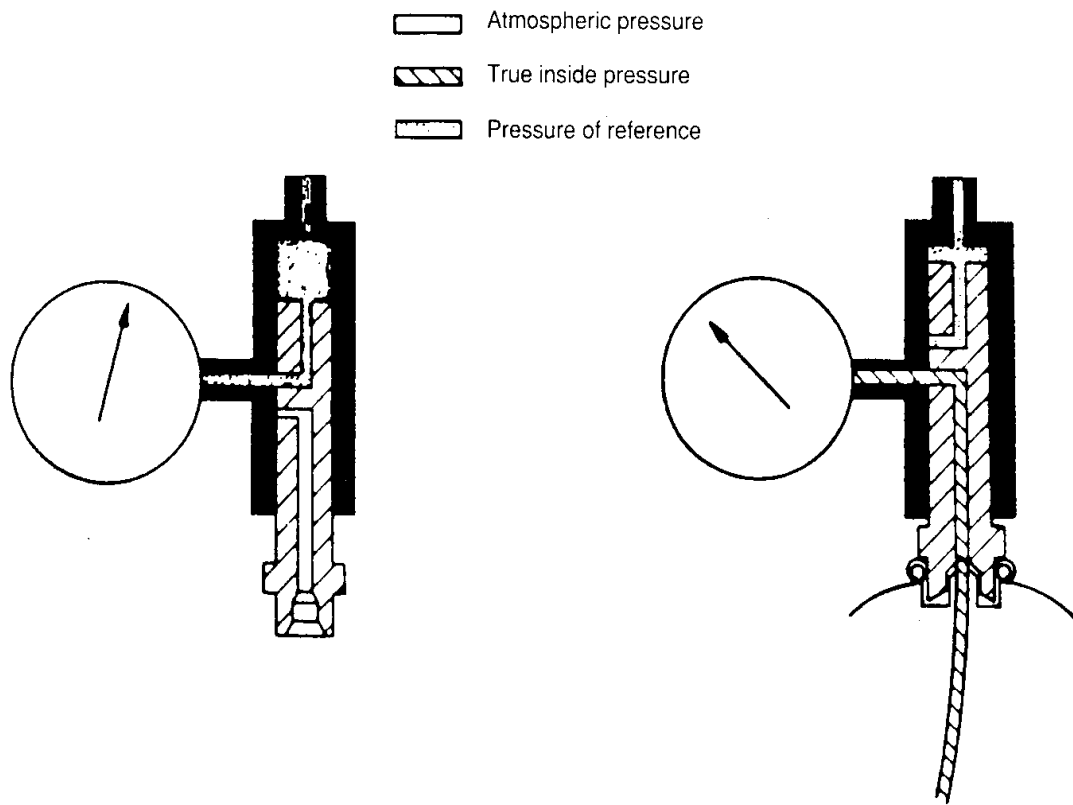
Bien agiter les asperseurs aérosols et, en les maintenant en position verticale, disperser le contenu de chacun d'entre eux dans la hotte aspirante. Actionner la valve dans une série de cycles (30 sec en marche, 30 sec à l'arrêt) jusqu'à ce que l'asperseur soit vidé. Examiner les valves à la recherche d'encrassement.

Note 12 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Se référer à la 4.6.2 de ce manuel pour des conditions de stockage alternatives.

Note 13 Des échantillons de la formulation prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

8.11 Asperseurs aérosols (AE)

Figure 1. Mesure manométrique de la pression interne.



8.21 FILETS INSECTICIDES ET MOUSTIQUAIRES LONGUE DURÉE (LN)

Introduction

Les LN sont des filets insecticides et des moustiquaires de longue durée (composés de fibres à un ou plusieurs filaments) avec un ou plusieurs ingrédients actifs intégrés aux filaments ou enduits à la surface des filaments. Chaque LN est désigné comme LN intégré ou LN enduit. Dans certains cas, un ou plusieurs synergistes peuvent être formulés conjointement.

LN de combinaison

Les LN de combinaison sont des moustiquaires longue durée composées de différents types de matériaux de filet, comme enduit et intégré, et/ou matériaux de filet, avec des parties séparées traitées par des ingrédients actifs différents. Un nombre presque illimité de combinaisons est possible.

Dans le cas de LN de combinaison, il est recommandé de diviser les spécifications en une spécification pour chaque matériau de filet et une pour la moustiquaire finie. Les spécifications et les notes de bas de page sont par conséquent modifiées en conséquence pour couvrir correctement les clauses. Pour une telle moustiquaire, deux spécifications des matériaux de filet sont ensuite combinées en une spécification pour une moustiquaire finie. L'avantage de cette approche est que la complexité des spécifications et le nombre de spécifications sont maintenus au minimum.

Dans le cadre de cette introduction, filet et moustiquaire sont utilisés comme synonymes, mais il faut garder à l'esprit que ce n'est pas toujours le cas.

Filet fait référence à un tissu à mailles ouvertes, tandis que moustiquaire fait référence à un produit prêt à l'emploi fait à partir d'un filet. La plupart des utilisations des LN concernent la santé publique mais des applications agricoles peuvent également être développées.

Les fabricants doivent minimiser l'hétérogénéité de la répartition du principe actif au sein de la moustiquaire afin que l'écart relatif type de la teneur en principe actif mesuré dans cinq sections individuelles de la moustiquaire prélevées selon la Figure 1 de la directive ne dépasse pas 20 pour cent. Des variations systématiques dans la teneur en principe actif à travers ou le long du filet peuvent sérieusement affecter le contrôle de qualité et la sécurité. Toutefois, sans connaissance du modèle, un dépistage systématique n'est pas économique et la note sur l'échantillonnage, donnée dans cette directive, ne l'aborde pas. Si l'on soupçonne une variation systématique, des procédures spéciales d'échantillonnage doivent être conçues pour détecter sa présence.

La performance acceptable des LN est définie par l'OMS comme le maintien de l'activité biologique pendant 20 lavages standards mais il n'y a pas de mesure physico-chimique simple correspondant à cette définition. Les moustiques qui atterrissent sur la surface du filet sont exposés uniquement au principe actif sur la surface du filet mais les concentrations sont conceptuellement et pratiquement difficiles à définir et mesurer. La concentration en surface du principe actif est une caractéristique importante des LN, qui n'est pas incluse dans la spécification de la directive. La concentration en surface doit être suffisante pour être efficace mais pas excessive afin d'éviter une exposition inacceptable des utilisateurs au principe

actif ou des pertes excessives d'ingrédient actif par lavage/altération. Toutefois, l'interprétation des mesures de la concentration en surface est problématique. Premièrement, parce que la « surface » dont le principe actif est ôté dépend fortement des méthodes et conditions d'extraction. Deuxièmement parce que la distribution d'au moins une partie du principe actif est en équilibre dynamique dans et sur le LN. La distribution peut être influencée par les conditions actuelles ou par l'historique des conditions dans lesquelles le filet est/a été stocké, selon que l'équilibre a été atteint rapidement ou lentement. La concentration en surface peut être utilisée comme critère de contrôle de qualité par les fabricants pendant la production des moustiquaires mais est trop variable pour être utile après.

La lutte contre les moustiques (mesurée en mortalité ou élimination) semble décliner de bien à mauvaise au sein de fourchettes très étroites de concentration en surface, avec des fourchettes critiques de changement différant évidemment entre, et éventuellement, à l'intérieur des produits. Ces différences peuvent être dues à des variations dans l'espace et/ou la distribution du principe actif, et éventuellement d'autres facteurs, mais aucune valeur particulière de concentration en surface ne correspond à un niveau spécifique de réponse biologique. Par conséquent, il est inutile d'essayer d'élaborer des méthodes d'essai analytiques très précises et exactes pour mesurer/estimer les concentrations en surface après 20 lavages, ou de les utiliser pour développer des limites pour les spécifications de l'OMS. Les spécifications de l'OMS doivent fournir des limites et des méthodes donnant une indication si oui ou non une rétention/libération se produit réellement mais elles ne peuvent être utilisées pour prouver qu'un filet particulier offrira une efficacité acceptable, avant ou après 20 lavages standards.

La CIPAC a développé une méthode pour déterminer la rétention du ou des ingrédients actifs sur les LN lors d'étapes de lavages séquentiels (MT 195, indice de résistance au lavage des filets longue durée). Cette méthode est une poursuite de la normalisation de la méthode de lavage de l'OMS publiée dans « Directives de l'OMS pour les essais en laboratoire et sur le terrain des moustiquaires imprégnées d'insecticides à longue durée d'action », document OMS/CDS/WHOPES/GCDPP/2005.11, Organisation mondiale de la santé, Genève, 2005.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. En principe, si deux ou plusieurs ingrédients actifs sont formulés conjointement, ils doivent avoir des spécifications séparées. Dans le cas de LN où les interactions des ingrédients actifs/synergistes sont nécessaires et justifiées, une spécification unique avec plusieurs ingrédients/synergistes doit être proposée. Pour les LN de combinaison, les spécifications doivent être séparées en une spécification pour chaque matériel du filet et une pour la moustiquaire finie. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

...[nom commun ISO] FILETS INSECTICIDES ET MOUSTIQUAIRES LONGUE DURÉE (LN) (Note 1)

[numéro CIPAC]/LN (mois & année de publication)

8.21.1 Description (Note 1)

Le produit doit être formé de (ou sous la forme de) film, consistant enfibres [type de denier (Note 2), mono-/multi-filaments, polymère] traitées avec/intégrant[nom commun ISO] technique/formulé se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS ...[numéro CIPAC/code technique ou de formulation (date)], et[nom commun ISO] (synergiste le cas échéant) technique/formulése conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS ...[numéro CIPAC/code technique ou de formulation (date)], ainsi que tout autre agent de formulation. Le produit doit avoir l'air propre et être exempt de toute substance étrangère visible (Note 3), de dommages visibles (comme des déchirures ou des fissures) et des défauts de fabrication visibles (comme des coutures mal faites ou une armature qui soit n'est pas uniforme, soit trop lâche pour rester uniforme à l'emploi) et doit convenir pour une utilisation en tant que/dans un filet insecticide avec une activité de longue durée (Note 4).

8.21.2 Principe actif**8.21.2.1 Tests d'identité (Note 5)**

Le principe actif (et le synergiste le cas échéant) doivent se conformer (chacun) à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité reste en doute, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

8.21.2.2 Teneur en ...[nom commun ISO du principe actif] (Notes 5, 6 & 7)

La teneur ...[nom commun ISO] doit être déclarée (...g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne ne doit pas différer de celle déclarée de plus de la valeur appropriée donnée dans le tableau des tolérances, Section 4.3.2.

8.21.2.3 Ratio des isomères ...[nom commun ISO du principe actif] (Notes 5, 6, 7 & 8), le cas échéant

Le ratio des isomères ...[nom commun ISO du principe actif] doit être dans la fourchette de ... à

8.21.2.4 Indice de résistance au lavage (MT 195) ...[nom commun ISO du principe actif]

L'indice de résistance au lavage de ...[nom commun ISO du principe actif] de la moustiquaire, une fois déterminé, doit être dans la gamme de ... à

8.21.2.5 Teneur ... [nom commun ISO du synergiste] (Notes 5, 6, 7 & 8), le cas échéant

La teneur ...[nom commun ISO du synergiste] doit être déclarée (...g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne ne doit pas différer de celle déclarée de plus de la valeur appropriée donnée dans le tableau des tolérances, Section 4.3.2.

8.21.2.6 Indice de résistance au lavage (MT 195) ...[nom commun ISO du synergiste]

L'indice de résistance au lavage du ...[nom commun ISO du synergiste] du filet, une fois déterminé, doit être dans la gamme de ... à

8.21.3 Impuretés pertinentes

8.21.3.1 Sous-produits de la fabrication ou du stockage (Notes 6, 8 & 9), le cas échéant

Maximum: ...% de la teneur en ... [nom commun ISO du principe actif] trouvée en vertu de 8.21.2.2.

8.21.4 Propriétés physiques (Note 18)

8.21.4.1 Poids du tissu (masse par m²) (ISO 3801 / DIN EN 12127) (Note 6)

La masse par m² doit être déclarée (... g/m²), et, une fois déterminée, ne doit pas différer de celle déclarée de plus de ± 10 %.

8.21.4.2 Maillage du filet (Note 6)

Lorsqu'il est compté par la méthode donnée dans la Note 10, le nombre moyen de trous complets /cm² ne doit pas être inférieur à ... et la plus petite valeur ne doit pas être inférieure à

8.21.4.3 Stabilité dimensionnelle du filet au lavage (Notes 6 & 11)

Pas plus de 10 pour cent de rétrécissement/expansion dans les deux directions.

8.21.4.4 Résistance à la rupture (ISO 13938:2) (Notes 6 & 12)

La résistance minimale à la rupture du tissu doit être déclarée (pas moins de... kPa) et, une fois déterminée, la moyenne ne doit pas être inférieure à celle déclarée.

Si des coutures sont présentes, leur résistance moyenne à la rupture ne doit pas être inférieure à celle de la moyenne du tissu.

8.21.4.5 Inflammabilité (ISO 6941 / EN 1102) (Notes 6 & 13)

Il ne doit y avoir ni départ de flamme ni propagation après avoir enlevé la flamme d'allumage. Il ne doit y avoir aucun débris en flammes ni allumade du papier filtre. La formation de trous est permise sous réserve que la superficie maximale brûlée ou fondue soit large de 40 mm et longue de 140 mm.

8.21.5 Stabilité au stockage**8.21.5.1 Stabilité à température élevée (MT 46.3.4)**

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant 14 jours (Note 14), la teneur en principe actif déterminée ne doit pas être inférieure à%, et la teneur en synergiste déterminée ne doit pas être inférieure à ... % (Note 8), par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 14) et le produit doit continuer à se conformer aux clauses pour

- le ratio d'isomères (8.21.2.3), le cas échéant,
- l'indice de résistance au lavage (8.21.2.4 et 8.21.2.6) (Note 16)
- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (8.21.3.1) (Note 17),
- la stabilité dimensionnelle (8.21.4.3),
- la résistance à la rupture (8.21.4.4),

Comme requis.

Note 1 La spécification peut s'appliquer aux moustiquaires fabriquées uniquement, aux filets en vrac uniquement, ou aux deux. Le titre et la clause de la description doivent être modifiés en conséquence. Contrairement à d'autres formulations, une extension d'une spécification à un LN nominale similaire d'autres fabricants n'est pas possible avec les données actuellement disponibles et le fabricant et le produit doivent par conséquent être nommés dans une note en bas de page ou dans la spécification.

Note 2 La densité linéaire (denier) des fibres ne peut pas être mesurée dans la moustiquaire fabriquée mais doit être identifiée sur l'emballage.

Note 3 Des morceaux de fils occasionnels de courte longueur présents dans le filet ne sont pas considérés comme une substance étrangère.

Note 4 Les filets insecticides de longue durée sont censés conserver leur activité pendant toute leur durée de vie et pendant un certain nombre de lavages (produits de santé publique) ou dans les conditions climatiques attendues dans le pire des cas (produits agricoles).

Note 5 La ou les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC, de l'AOAC ou d'un organisme équivalent. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être envoyées à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 6 Les échantillons doivent être prélevés selon la Figure 1 ou sur une diagonale pratique sur la largeur du matériel en vrac. Les échantillons doivent être suffisamment importants pour mener tous les tests requis et représentatifs du filet ou de la moustiquaire. Sauf lorsque les coutures doivent être testées, ne pas tester le produit à moins de 10 cm des coutures ou des lisières. Lorsqu'un produit final est constitué de plus d'un type de filet, chaque type de filet doit être échantillonné et testé séparément.

Utiliser des ciseaux pointus, ou l'équivalent, pour minimiser les dommages aux fibres et au tissu et éviter ainsi tout biais consécutif dans les résultats de certains tests. Rouler les bandes ou les carrés et les placer dans des feuilles d'aluminium neuves, propres et étiquetées avant l'analyse. Les échantillons doivent être conservés au frais, en évitant les sources de chaleur (dont la lumière directe du soleil) ou au congélateur, et analysés/testés dans un délai minimal. Des portions représentatives (sous-échantillons) pour les essais doivent être prélevés comme décrit dans chaque méthode d'essai.

Aux fins de l'analyse chimique, la méthode d'analyse et le nombre et la tailles des portions d'essai analysées doivent être conçus pour fournir des résultats avec un écart

	relatif type $\leq 5\%$ ou tel qu'applicable dans certains cas justifiables. La portion d'essai et les conditions de reproduction pour les méthodes d'essais physiques sont définies dans les méthodes ou les notes référencées.
<u>Note 7</u>	Pour les LN enduits, si le filet est fabriqué dans différents deniers, la teneur en principe actif (et synergiste) doit être spécifiée pour chaque type de denier. Si la teneur en principe actif est également spécifiée en mg/m ² de filet, elle doit être calculée à partir des valeurs du principe actif en g/kg et de la masse du filet/m ² . La masse du filet/m ² doit être déterminée selon ISO 3801 / EN 12127. En cas de litige, les valeurs g/kg seront utilisées.
<u>Note 8</u>	Cette clause ou sous-clause est requise uniquement si elle est appropriée au produit spécifié. Le ratio d'isomères est spécifié uniquement lorsque le principe actif est spécifié en un ratio d'isomères particulier. Un synergiste est spécifié uniquement quand c'est nécessaire. Une impureté est spécifiée uniquement là où elle est pertinente, tel que cela est défini dans le glossaire des termes (Annexe C).
<u>Note 9</u>	La méthode d'analyse doit être au minimum validée par les pairs. Si elle n'est pas publiée, tous les détails de la méthode et les données de la validation par les pairs doivent être fournis.
<u>Note 10</u>	En l'absence d'une méthode simple ou standard pour déterminer la taille des trous, qui peuvent avoir des formes complexes dans des tissus extrêmement souples, le maillage est déterminé en comptant le nombre de trous dans un carré de tissu. Le comptage peut être fait directement sur le tissu ou indirectement en prenant une photo/photocopie du tissu. Les méthodes indirectes peuvent faciliter le comptage et offrir un enregistrement permanent. Une autre méthode convenable est l'utilisation d'un stéréomicroscope avec un logiciel d'analyse d'image, où le nombre de trous dans une zone définie est compté. Le nombre de trous par superficie mesurée est converti en trous/cm ² . Avant le comptage, le tissu doit être conditionné selon ISO 139 (4 h, 20 °C, 65% humidité relative). Utiliser un modèle pour définir le carré du filet, en prenant soin de ne pas étirer ou déformer le tissu. Le modèle doit être une feuille rigide de 1-2 mm d'épaisseur, sur laquelle un carré soigneusement calibré ($\pm 1\%$ dans chaque dimension) (par ex. 5 x 5 cm) a été coupé/marqué. S'il n'y a pas de modèle de disponible et qu'une règle doit être utilisée, il faut porter la plus grande attention à ce que la zone de comptage soit carrée. Lorsque c'est possible, un bord du carré à compter doit être aligné avec une rangées de trous complets dans le tissu. Les trous incomplets $\geq \frac{1}{2}$ sont comptabilisés comme des trous complets, tandis que ceux $< \frac{1}{2}$ ne sont pas comptabilisés. Compter 5 carrés répétés sélectionnés selon la Note 6, calculer la moyenne et noter la plus faible valeur.
<u>Note 11</u>	Méthode de préparation, marquage et mesure: ISO 3759. Méthode de lavage: ISO 6330. Méthode de calcul: ISO 5077. Taille des portions d'essai: 500 mm x 500 mm; délimitation 350 mm x 350 mm à l'intérieur de chaque portion d'essai. Tester un total de 4 portions répétées, 2 lavées dans chacune des charges séparées. Type de machine à laver: ISO type A (chargement frontal). Programme de lavage: 30 °C. Programme doux. Remplir la machine avec une charge fictive (avec du tissu selon la norme ISO) jusqu'à la norme de 2 kg. Séchage: séchage à plat.
<u>Note 12</u>	Méthode d'essai: ISO 13938 partie 2, avec conditionnement du tissu comme spécifié dans la norme ISO. La résistance minimale à la rupture déclarée, et son test de conformité, sont basés sur des surfaces de tissu de 7,3 cm ² . Les spécifications proposées basées sur des essais de 50 cm ² de surface doivent être appuyées par des données montrant la pertinence de la valeur proposée et sa relation avec un minimum de 250 kPa (qui est basé sur une surface de 7.3 cm ²). Cinq essais répétés doivent être menés sur des échantillons prélevés à des distances à peu près égales sur une diagonale à travers le filet, sans prélever d'échantillons à moins de 10 cm du bord ou d'une couture. Dans les moustiquaires constituées de rectangles, la « diagonale » peut correspondre à la Figure 1. La moyenne des cinq mesures est calculée. La méthode pour tester la résistance à la rupture est identique à celle utilisée pour tester le tissu, sauf que cinq essais répétés doivent être effectués, avec la couture centrée sur la tête d'essai. Jusqu'à cinq coutures peuvent être testées, mais s'il y a moins de cinq coutures, les mesures répétées doivent être faites sur une ou plusieurs coutures pour fournir un total de cinq mesures.

Note 13 Test d'inflammabilité selon EN 1102 en utilisant une méthode de propagation de la flamme en surface (position du brûleur perpendiculaire à la surface du spécimen).

Les observations suivantes doivent être rapportées après la combustion de la flamme: la durée de la postluminescence, la largeur et la longueur maximales de la brûlure ou du dommage, si les flammes ont ou non atteint le bord vertical de l'échantillon du filet, s'il y a ou non un trou brûlé ou fondu dans l'échantillon du filet, si des débris en flammes tombent ou non sous le bord inférieur de l'échantillon et s'il y a allumage du papier filtre.

Note 14 À moins que d'autres températures et durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 pour des conditions de stockage alternatives.

Note 15 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

Note 16 Si c'est justifié par les données à l'appui, une augmentation ou une diminution dans les limites s'appliquant dans l'essai de stabilité au stockage peut être spécifié dans la sous-clause.

Note 17 Cette sous-clause est requise uniquement si la concentration d'impureté pertinente est capable d'augmenter pendant le stockage.

Note 18 Références normatives pour les tests physiques:

Actuellement, les normes suivantes sont les versions les plus récentes des documents à utiliser pour les tests physiques. La version actualisée de la norme doit toujours être utilisée lorsqu'elle est disponible.

ISO 139:2005/Amd.1:2011 Textiles - Atmosphères normales de conditionnement et d'essai - Textiles - Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.

ISO 3801:1977 - Textiles - Tissus - Détermination de la masse par unité de longueur et de la masse par unité de surface.

EN 12127:1997 - Textiles - Étoffes - Détermination de la masse surfacique sur de petits échantillons.

ISO 3759:2011 - Textiles - Préparation, marquage et mesurage des éprouvettes d'étoffe et des vêtements dans les essais de détermination de la variation des dimensions.

ISO 6330:2012 - Textiles - Méthodes de lavage et de séchage domestiques en vue des essais des textiles.

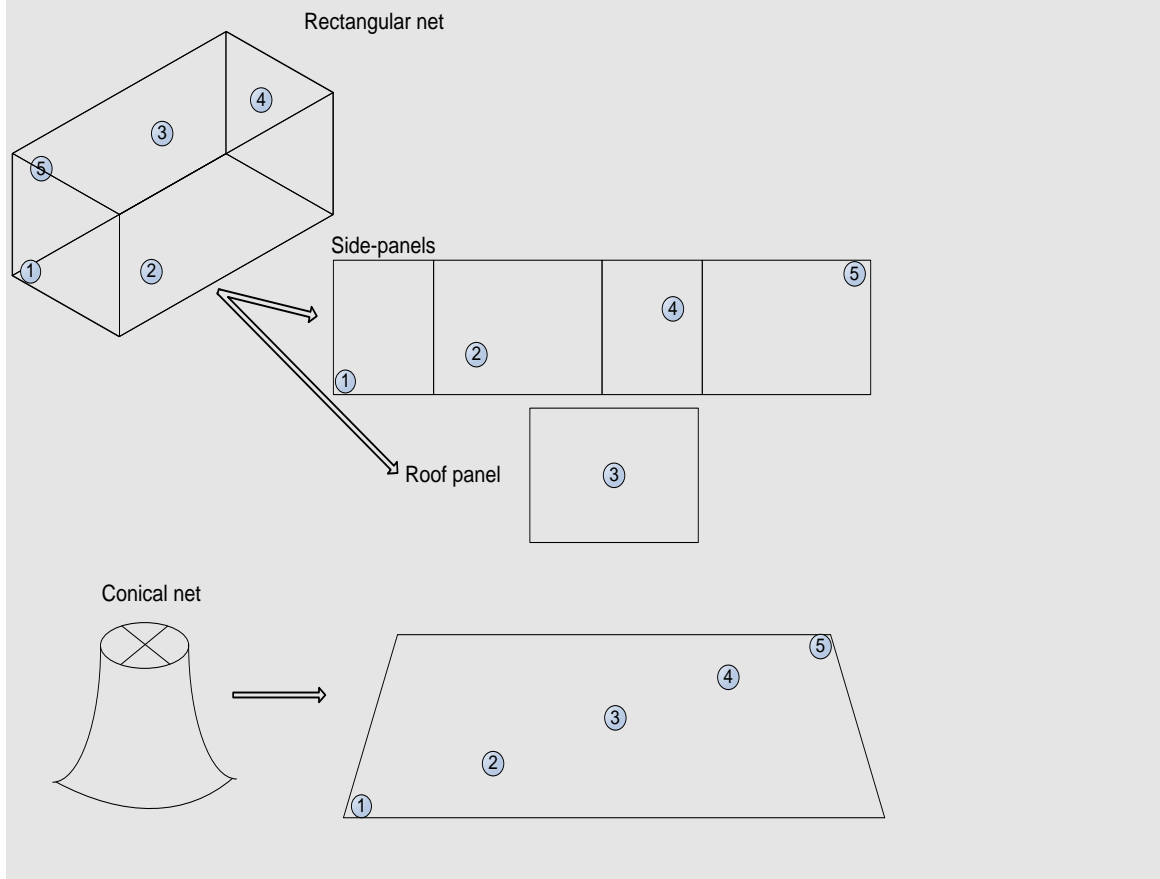
ISO 5077:2007 - Textiles - Détermination des variations dimensionnelles au lavage et au séchage domestiques.

ISO 13938-2:1999 - Textiles - Propriétés de résistance à l'éclatement des étoffes - Partie 2: Méthode pneumatique pour la détermination de la résistance et de la déformation à l'éclatement.

EN 1102:1995 - Textiles et produits textiles - Comportement au feu, rideaux et tentures - Procédure détaillée pour déterminer la propagation de flamme d'éprouvettes disposées verticalement.

8.21 Filets insecticides et moustiquaires longue durée (LN)

Figure 1 Positions recommandées à partir desquelles 5 morceaux de filets doivent être prélevés d'une moustiquaire pour lit et combinés pour former un échantillon représentatif. Dans le cas de LN de combinaison, une figure appropriée de l'échantillonnage doit être fournie.



8.22 FORMULATION À LIBÉRATION PAR MATRICE (MR)

Introduction

La formulation à libération par matrice dans cette directive est principalement destinée à des utilisations pour la protection de la santé publique mais pourrait éventuellement être utilisée dans des applications agricoles à l'avenir. Ce type de formulation peut être classé dans les deux formes de base suivantes:

- (i) Un ou plusieurs principes actifs sont soit intégrés à un polymère, soit enduits à la surface d'un polymère.
- (ii) Dans certains cas, les deux méthodes (enduit et intégration) sont appliquées pour la préparation d'une formulation MR finie (type de combinaison).

« La formulation matricielle de la combinaison est composée de différents types de formulations comme les enduits et l'incorporation, qui sont produits par différentes méthodes de préparation. »

Pour les formulations MR de type combinaison, il est conseillé de diviser les spécifications en une spécification pour chaque type de préparation de polymère et une pour le produit fini. Les spécifications et les notes de bas de page doivent être modifiées en conséquence pour couvrir correctement les clauses. Pour un tel produit, deux spécifications qui se réfèrent à chaque méthode de préparation sont ensuite combinées en une spécification pour un produit fini.

Une formulation à libération par matrice se compose d'un ou plusieurs ingrédients actifs, polymères et agents de formulation le cas échéant. Sa taille et son poids sont définis par les exigences de fabrication et/ou d'utilisation. Elle est conçue pour une application directe sur une étendue d'eau.

En règle générale, pour la protection de la santé publique, cette formulation doit montrer une efficacité insecticide de longue durée par la libération contrôlée du ou des ingrédients après application dans l'habitat des ravageurs nuisibles, par exemple une source d'eau, un étang, un réservoir d'eau ou un puits.

Par conséquent, la sélection des ingrédients actifs, la teneur en ingrédients actifs, la conception du produit (forme ou taille) et le taux de rétention/libération des ingrédients actifs sont des paramètres importants pour définir la qualité de ce type de formulation.

Ces paramètres peuvent être optimisés par le processus de fabrication et/ou les besoins des clients.

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. Pour les MR de combinaison, les spécifications doivent être séparées en une spécification pour chaque matériel et une pour le produit fini. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

... [nom commun ISO] FORMULATION À LIBÉRATION PAR MATRICE

[numéro CIPAC]/MR (mois & année de publication)

Le produit, prélevé dans n'importe quelle partie de la cargaison conformément à la procédure décrite dans la Note 1 ou toute autre procédure acceptable, doit se conformer à la spécification.

8.22.1 *Description*

Le produit doit être formé principalement du polymère traité avec ... [nom commun ISO] technique/formulé se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS ... [numéro CIPAC /code de la formulation ou technique (date)], et ... [nom commun ISO et/ou nom du produit chimique et numéro CAS] (synergiste, si nécessaire) se conformant aux exigences de la spécification FAO/OMS ... [numéro CIPAC/ code de la formulation ou technique (date)], ainsi que de tout autre agent de formulation nécessaire. Le produit doit avoir l'air propre et être exempt de toute substance étrangère visible de dommages visibles (comme des déchirures ou des fissures) et des défauts de fabrication visibles et doit convenir pour une utilisation en tant que/dans une formulation pesticide avec activité de libération contrôlée (Note 2).

8.22.2 *Principe actif*

8.22.2.1 **Tests d'identité** (Note 3)

Le principe actif (et le synergiste le cas échéant) doivent se conformer (chacun) à un test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

8.22.2.2 **Teneur en ... [nom commun ISO]** (Notes 3 et 4)

La teneur ...[nom commun ISO] doit être déclarée (...g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne ne doit pas différer de celle déclarée de plus de la valeur appropriée donnée dans le tableau des tolérances, Section 4.3.2.

8.22.2.3 **Ratio des isomères...** [nom commun ISO] (Notes 3 et 5), le cas échéant

Le ratio des ... isomères doit être dans la fourchette de ... à

8.22.2.4 **Teneur en ... [nom commun ISO] (synergiste)** (Notes 3, 4 et 5), le cas échéant

La teneur en ... [nom commun ISO et/ou nom du produit chimique et numéro CAS] doit être déclarée (... g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne ne doit pas différer de celle déclarée de plus de la valeur appropriée donnée dans le tableau des tolérances, Section 4.3.2.

8.22.2.5 **Taux de rétention/libération de ... [nom commun ISO]** (Notes 3 et 4)

Le taux de rétention/libération de ... [nom commun ISO] du polymère, une fois mesuré, doit se conformer aux critères suivants:

8.22.3 Impuretés pertinentes**8.22.3.1 Sous-produits de la fabrication et du stockage** (Notes 4, 5 et 6), le cas échéant

Maximum: ... % de la teneur en ... [nom commun ISO] trouvée en vertu de 8.22.2.2.

8.22.4 Propriétés physiques**8.22.4.1 Capacité à couler ou à flotter** (Note 7)

Le produit, lorsqu'il est utilisé, doit [couler ou flotter] dans l'eau.

8.22.5 Stabilité au stockage**8.22.5.1 Stabilité à température élevée** (MT 46.3)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant deux semaines (Note 8), la teneur totale déterminée en principe actif ne doit pas être inférieure à ... %, et la teneur totale déterminée du synergiste ne doit pas être inférieure à ... % (Note 5), par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Notes 9 et 10) et le produit doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- le ratio des isomères (8.22.2.3),
- le taux de rétention/libération (8.22.2.5),
- les sous-produits de la fabrication ou du stockage (8.22.3.1) (Note 11),

Comme requis.

Note 1 Échantillonnage*Exigences générales*

- a) Les échantillons doivent être stockés de manière à ce qu'il n'y ait pas de détérioration du matériel.
- b) L'instrument d'échantillonnage doit être propre et sec.
- c) Les échantillons doivent être protégés contre la contamination.

Échantillonnage, test et acceptation

- a) Dans chaque cargaison, tous les cartons contenant des produits à formulation matricielle du même type constituent un lot. Chaque carton contient plusieurs conteneurs.
- b) Des échantillons doivent être prélevés de chaque lot et testés individuellement pour déterminer si le produit se conforme aux exigences spécifiées.
- c) Tout échantillon ne se conformant pas aux exigences spécifiées doit être qualifié d'endommagé. Le critère d'acceptation sera le nombre maximal d'échantillons endommagés admissibles pour qu'un lot soit accepté.

8.23 Sacs de stockage traités longue durée (LB)

Nombre total de conteneurs/échantillons dans un lot	Nombre de conteneurs/échantillons à tester	Critère d'acceptation
300 ou moins	3	0
301 à 1200	6	1
1201 à 2000	13	2
2001 à 7000	21	3
7001 à 15000	29	4
15001 à 24000	48	6
24001 à 41000	84	9
Plus de 41000	126	13

e) Chacun des conteneurs/échantillons à tester sera prélevé d'un carton grand format différent qui sera sélectionné au hasard. Afin de garantir le caractère aléatoire de la sélection, des tables de nombres aléatoires seront utilisées. Si ces tables ne sont pas disponibles, la procédure suivante peut être adoptée.
En commençant par n'importe quel carton, compter les cartons comme 1, 2, 3..... r de manière systématique. Chaque r^{e} carton sera prélevé, r étant la partie intégrale de N/n , où N est le nombre total de cartons dans le lot et n le nombre cartons à sélectionner.

Note 2 Le poids et la forme du produit doivent être décrits dans une note pour les distinguer les uns des autres.

Note 3 Les méthodes d'analyse doivent être celles de la CIPAC ou de l'AOAC. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition.

Note 4 Les échantillons doivent être suffisamment importants pour mener tous les test requis et être représentatifs du produit. Une quantité suffisante d'échantillons doit être sélectionnée en prélevant de manière aléatoire et dans certains cas la quantité totale de produit doit être utilisée. Lorsque le produit final est constitué de plus d'un type de méthode de préparation des polymères (par ex. enduit et intégration), alors chaque type doit être échantillonné et testé séparément.

Utiliser des ciseaux pointus, ou l'équivalent, pour minimiser les dommages aux produits et éviter ainsi tous biais consécutifs dans les résultats de certains tests. Mettre la petite portion dans une bouteille en verre à vis neuve, propre et étiquetée avant l'analyse. Les échantillons doivent être conservés au frais, en évitant les sources de chaleur (dont la chaleur du soleil) ou au congélateur, et analysés/testés dans un délai minimal.

Aux fins de l'analyse chimique, la méthode d'analyse et le nombre et la taille des portions d'essai analysées doivent être conçus de manière pour fournir des résultats applicables. La portion d'essai et les conditions de reproduction pour les méthodes d'essais physiques sont définies dans les méthodes ou les notes référencées.

Les méthodes pour la détermination du taux de rétention/libération et les critères à respecter pour le taux de rétention/libération du produit doivent être spécifiques au produit.

Note 5 Cette clause ou sous-clause est requise uniquement si elle est appropriée au produit spécifié. Le ratio des isomères est spécifié uniquement lorsque le principe actif est défini en un ratio d'isomères particulier. Un synergiste est spécifié uniquement lorsque c'est nécessaire. Une impureté est spécifiée uniquement lorsqu'elle est pertinente, tel que défini dans le glossaire des termes (Annexe C).

Note 6 La méthode d'analyse doit être au minimum validée par les pairs. Si elle n'est pas publiée, tous les détails de la méthode et les données de la validation par les pairs doivent être fournis.

Note 7 Que le produit final, lorsqu'il est utilisé, coule ou flotte dépend du type de polymère. C'est étroitement relié à la méthode d'application et doit être spécifié.

Faire tomber un morceau du produit dans un bécher suffisamment large contenant de l'eau-étalon CIPAC D. Mélanger vigoureusement à l'aide d'une baguette de verre pour

garantir un mouillage complet. Contrôler pour confirmer que les bulles d'eau sont entièrement supprimées. Après une minute, indiquer le résultat du test. Les résultats possibles sont: « flotte » ou « coule ».

Note 8 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées. Les conditions alternatives sont: 6 semaines à 45 ± 2 °C; 8 semaines à 40 ± 2 °C; 12 semaines à 35 ± 2 °C ou 18 semaines à 30 ± 2 °C. L'ensemble du produit doit être stocké.

Note 9 Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage doivent être analysés parallèlement afin de réduire les erreurs d'analyse.

Note 10 Quand l'ensemble du produit est utilisé pour analyser le principe actif/synergiste, la tolérance du produit doit être examinée et décrite.

Note 11 Cette sous-clause est requise uniquement si la concentration d'impureté pertinente est capable d'augmenter pendant le stockage.

8.23 SACS DE STOCKAGE TRAITÉS LONGUE DURÉE (LB)

Introduction

Aux fins de cette directive, un « sac de stockage traité longue durée » est un sac en fibre polymère tissée avec un principe actif pesticide incorporé dans la fibre ou enduit sur la surface de la fibre. Le sac de stockage est conçu pour le stockage des produits après la récolte, notamment les céréales, les légumineuses et les semences et permet de lutter contre les ravageurs avant qu'ils infestent les produits stockés. Le pesticide est libéré à la surface du matériel de manière soutenue afin que les produits stockés dans les sacs soient protégés en continu contre les infestations de ravageurs pendant une certaine durée (au moins deux ans, sur plusieurs saisons).

Pour évaluer la migration du principe actif, la méthodologie proposée emprunte elle-même à la méthode MT 195 de la CIPAC (Indice de résistance au lavage des moustiquaires longue durée). Même s'il est bien entendu que les sacs sont peu susceptibles d'être lavés, elle offre une méthode validée pour les propriétés de libération et de migration du principe actif à la surface du matériau polymère.

Les clauses de stockage accéléré ont été divisées en deux sous-sections comme l'échantillonnage et le sous-échantillonnage car les tests chimiques et physiques exigent des régimes différents (5.1 & 5.2).

Dans le cas où la fibre est en polyoléfine (HDPE, PP), un tissage antidérapant dans le motif de tissage est recommandé. Les sacs de stockage fabriqués en polypropylène ont tendance à glisser lorsqu'ils sont stockés et, par conséquent, présentent un danger. Le tissage antidérapant augmente la force de frottement entre les sacs stockés et réduit le danger de chute des sacs. La présence d'un tissage antidérapant peut être contrôlée par une inspection visuelle en comptant les extrémités par rapport aux pointes et par comparaison avec les motifs de tissage antidérapant connus. Le tissage antidérapant doit être noté sur l'étiquette du sac de stockage.

Matériel de contact alimentaire

Le matériau polymère utilisé pour produire le fil doit être un polymère vierge (non recyclé) et doit se conformer aux réglementations internationales concernant le produit de contact alimentaire.

Il s'agit de:

- **Migration des polyoléfines:** Si le polymère est un polyoléfine (HD PE, PP) la migration de la polyoléfine doit être testée selon US FDA 21 CFR Part 177-1520 ou Directive UE 10/2011 pour les substances de contact alimentaire.
- **Migration des métaux lourds:** La migration des métaux lourds doit être testée selon BS EN 1186:2002 ou TIS-656-2529 (1986) ou une autre méthode ASTM adaptée dans laquelle la somme des niveaux de concentration de plomb, de cadmium, de mercure et de chromium hexavalent ne doit pas dépasser 100 ppm.
- **Résidus de pesticides sur le produit stocké:** Les résidus de pesticides intégrés ou enduits sur le sac, sur le produit stocké, doivent être déterminés et se conformer aux limites maximales de résidus (LMR) du Codex alimentarius pour les combinaisons de pesticides et de produits.

Ces paramètres ne font pas partie de la spécification, mais doivent être couverts par la documentation justificative de l'auteur de la proposition pour l'établissement d'une spécification pour LB.

Distribution du principe actif sur le sac

Les fabricants doivent contrôler et minimiser l'hétérogénéité du principe actif au sein du produit et fournir un plan de sous-échantillonnage pour représenter le principe actif de l'unité de produit. L'exemple de plan d'échantillonnage est une suggestion de méthode.

Propriétés physiques

La norme ISO 23560:2015 (Sacs tissés en polypropylène pour l'emballage en vrac de denrées alimentaires) décrit « la construction des sacs, leurs dimensions, et les méthodes d'essais adaptées pour garantir le stockage à long terme et le transport de denrées alimentaires dans les sacs » 'fin de citation. Les propriétés et les tests des sacs de stockage traités longue durée dans cette directive sur les LB sont harmonisées avec les exigences de cette norme. En particulier, la moyenne de résistance à la rupture et de l'allongement à la rupture (clause 4.1), la résistance à la rupture de la couture du dessous (clause 4.2) avant et après le test de stockage accéléré et la résistance aux UV et aux intempéries (clause 6) sont adoptées à partir de cette norme ISO. Le tableau 1 dans ISO 23560:2015 (Paramètres requis pour la construction de l'étoffe et des sacs) résume les paramètres et les exigences avec les tolérances conjointement aux méthodes d'essai à utiliser.

Stabilité au stockage

Les sacs de stockage vides ou remplis peuvent être protégés ou non de la lumière du soleil. Une clause supplémentaire de stabilité au stockage pour la stabilité aux UV du tissu a par conséquent été introduite. Si une demande de stabilité aux UV est faite, alors la clause pour la stabilité aux UV doit être incluse (clause 6).

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

[nom commun ISO] SAC DE STOCKAGE LONGUE DURÉE (INCORPORÉ/ENDUIT SUR LE FILAMENT)

[numéro CIPAC] / LB (mois et année de publication)

8.23.1 Description (Note 1)

Le produit doit être formé d'un (ou avoir la forme d'un) sac de stockage adapté aux produits agricoles composé de fibres..., [type de polymère], mono-/poly-filaments, avec une largeur de ... mm, tissées/ non-tissés /enduites de/ incorporant produit technique/formulé[nom commun ISO] conformes aux exigences de la spécification de la FAO.... [numéro CIPAC/code technique ou de la formulation (date)], ainsi que de tout autre agent de formulation, le cas échéant. Le produit doit avoir l'air propre et être exempt de toute substance étrangère visible, de dommages visibles (comme des déchirures ou des fissures) et de défauts de

fabrication visibles (comme des coutures mal faites ou un tissage qui n'est pas uniforme ou est trop lâche pour rester uniforme à l'utilisation) (Note 2) et doit convenir pour une utilisation en tant que sac de stockage avec une activité de longue durée et avec/sans résistance aux UV (Notes 3 & 4).

8.23.2 *Principe actif*

8.23.2.1 **Tests d'identité** (Note 5)

Le principe actif doit se conformer au test d'identité et, lorsqu'il reste un doute sur l'identité, il doit se conformer à au moins un test supplémentaire.

8.23.2.2 **Teneur d'principe actif** (Notes 5 & 6)

La teneur en ...[nom commun ISO] doit être déclarée (g/kg) et, une fois déterminée, la teneur moyenne mesurée ne doit pas différer de celle déclarée de plus de $\pm 25\%$.

8.23.2.3 **Ratio des isomères..... [nom commun ISO du principe actif]** (Note 7), le cas échéant

Le ratio des isomères ... (nom commun ISO du principe actif) doit être dans la fourchette de ... à

8.23.2.4 **Indice de résistance au lavage** (MT 195) (Notes 9 & 10)

L'indice de résistance au lavage de ...[nom commun ISO du principe actif] du matériau du sac, une fois déterminé, doit être dans la fourchette de.. à..%.

8.23.3 *Impureté pertinentes*

8.22.3.1 **Sous-produits de la fabrication ou du stockage** (Note 9), le cas échéant

Maximum: ...% de la teneur en... [nom commun ISO du principe actif] trouvée en vertu de 2.2.

8.23.4 *Propriétés physiques*

8.23.4.1 **Moyenne de résistance à la rupture et de l'allongement à la rupture** (ISO 23560:2015, tableau 1)

La résistance moyenne à la rupture dans la longueur et la largeur ne doit pas être inférieure à 918 N pour un sac de 50 kg et 816 N pour un sac de 25 kg, respectivement. L'allongement à la rupture du tissu dans la longueur et la largeur doit se conformer à ISO 23560:2015, selon le tableau 1.

8.23.4.2 Résistance à la rupture de la couture du dessous (ISO 13935-1) (Notes 7 & 13)

La résistance minimale moyenne à la rupture de la couture du dessous du sac ne doit pas être inférieure à [] N.

8.23.5 Stabilité à l'entreposage**8.23.5.1 Stabilité chimique à température élevée (CIPAC MT 46.3.4) (Note 10)**

Après un stockage à 54 ± 2 °C (Note 11) pendant deux semaines, la teneur d'ingrédient actif déterminée ne doit pas être inférieure à 95 pour cent, par rapport à la teneur moyenne déterminée trouvée avant le stockage (Note 12) et le produit doit continuer à se conformer aux clauses pour:

- le ratio des isomères (8.22.2.3), le cas échéant,
- l'indice de résistance au lavage (8.22.2.4),
- les impuretés pertinentes (8.22.3.1), le cas échéant.

8.23.5.2 Stabilité physique des sacs à température élevée (MT 46.3) (Note 13)

Après un stockage à 54 ± 2 °C pendant deux semaines, le produit doit continuer à se conformer aux clauses pour les propriétés physiques:

- la moyenne de résistance à la rupture et de l'allongement à la rupture (8.22.4.1),
- la résistance à la rupture de la couture du dessous (8.22.4.2),

8.23.6 Résistance aux UV (ISO 4892-3:2008, Tableau 4, Méthode A, cycle n°1) (Note 14), le cas échéant

Les sacs doivent conserver au moins % d'ingrédient actif après une exposition aux rayons UV et aux intempéries pendant 144 h, et la résistance à la rupture de la couture du dessous ne doit pas être inférieure à 50 pour cent de la mesure originale, sans exposition aux UV.

Note 1 La spécification peut s'appliquer aux sacs en vrac ou aux sacs composés qui peuvent être de capacités différentes et composés de bandes tissées ou non tissées. Les sacs doivent être faits en polymère vierge, par ex. polypropylène ou PEHD et peuvent être blancs ou de couleur. Ces sacs sont censés durer au moins deux ans dans l'entrepôt.

Note 2 De petites longueurs occasionnelles de fils lâches présentes dans les sacs composés ne sont pas considérées comme une substance étrangère.

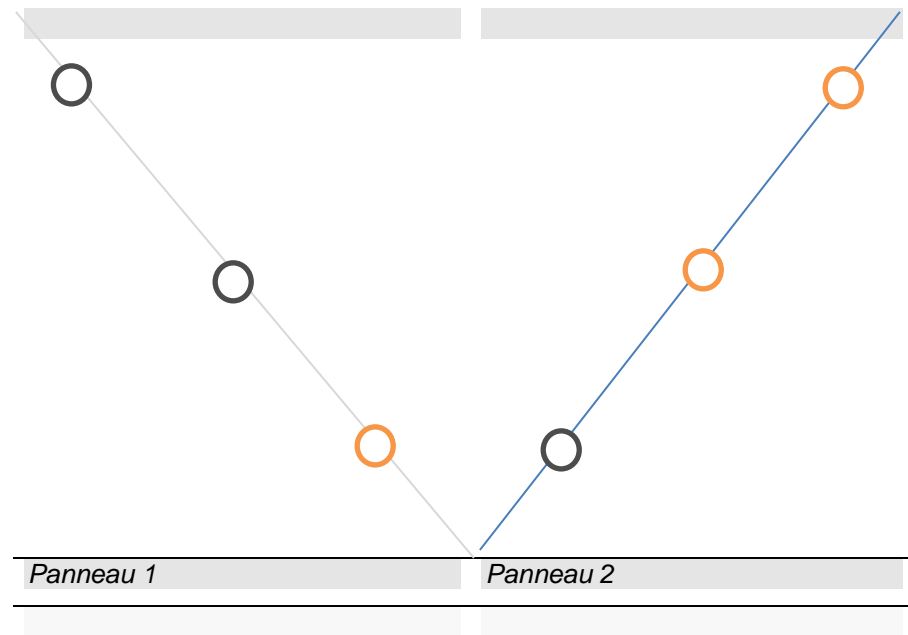
Note 3 Les sacs de stockage traités avec un pesticide de longue durée sont censés conserver leur activité biologique et leur résistance à la traction pendant leur durée de vie et au cours d'une exposition aux UV pendant un nombre spécifié d'heures lorsqu'ils sont testés selon la Note 14.

Note 4 L'inflammabilité du produit ne fait pas partie de la spécification mais elle doit être mesurée par le fabricant, selon la 16 CFR Part 1610, et le résultat doit figurer sur l'emballage.

8.23 Sacs de stockage traités longue durée (LB)

- Note 5** Les méthodes d'identification et de détermination de la teneur en principe actif doivent être celles de la CIPAC, l'AOAC ou équivalentes. Si les méthodes n'ont pas encore été publiées, alors tous les détails, avec les données appropriées de la validation de la méthode, doivent être soumis à la FAO/OMS par l'auteur de la proposition. Le plan d'échantillonnage doit prendre en considération la variation à l'intérieur du produit. Pour la teneur en principe actif, l'homogénéisation de l'échantillon avant de prendre des portions avant et après le stockage, et la conservation de l'échantillon dans une bouteille à capsule sont recommandées.
- Note 6** Un plan d'échantillonnage recommandé est présenté dans la Figure 1. Les échantillons doivent être suffisamment importants pour mener tous les tests nécessaires et être représentatifs du tissu. Sauf lorsque les coutures doivent être testées, ne pas tester le produit à moins de 10 cm des coutures ou des lisières.
- Utiliser des ciseaux pointus, ou l'équivalent, pour minimiser les dommages aux fibres et au tissu et éviter ainsi tout biais consécutif dans les résultats de certains tests. Rouler les bandes ou les carrés et les placer dans des feuilles d'aluminium neuves, propres et étiquetées avant l'analyse. Les échantillons doivent être conservés au frais, en évitant les sources de chaleur (dont la lumière directe du soleil) ou au congélateur, et analysés/testés dans un délai minimal. Des portions représentatives (sous-échantillons) pour les essais doivent être prélevés comme décrit dans chaque méthode d'essai.
- Note 7** Les méthodes de détermination du ratio des isomères doivent être validées par les pairs.
- Note 8** La méthode CIPAC MT 195 pour la détermination de l'indice de résistance au lavage des LN a été adoptée comme méthode CIPAC à part entière en 2013, mais la méthode n'a pas encore été publiée dans un manuel. En attendant la publication du manuel, des copies de la méthode peuvent être obtenues par le biais du site web de la CIPAC, <http://www.cipac.org/index.php/methods-publications/pre-published-methods>. La méthode CIPAC a été élaborée pour les formulations des LN, mais elle est considérée comme applicable aux formulations à libération lente basées sur des textiles similaires ainsi qu'aux sacs de stockage.
- Note 9** Les méthodes de détermination des impuretés pertinentes doivent être au minimum validées par les pairs. Si elles n'ont pas été publiées, tous les détails de la méthode et les données de validation par les pairs doivent être fournis.
- Note 10** La méthode CIPAC MT 46.3.4 pour le stockage accéléré des LN a été adoptée comme méthode CIPAC à part entière en 2015, mais la méthode n'a pas encore été publiée dans un manuel. En attendant la publication du manuel, des copies de la méthode peuvent être obtenues par le biais du site web de la CIPAC, <http://www.cipac.org/index.php/methods-publications/pre-published-methods>. La méthode CIPAC a été élaborée pour les formulations des LN, mais elle est considérée comme applicable aux formulations à libération lente basées sur des textiles similaires ainsi qu'aux sacs de stockage.
- Note 11** À moins que d'autres températures et durées soient spécifiées. Se référer à la Section 4.6.2 pour les conditions de stockage alternatives.
- Note 12** Des échantillons du produit prélevés avant et après le test de la stabilité au stockage peuvent être analysés parallèlement (à savoir après le stockage) afin de réduire les erreurs d'analyse. Le fabricant doit démontrer que la conception du sous-échantillonnage fournit des portions analytiques homogénéisées pour le test de stabilité avant et après le stockage.
- Note 13** La méthode CIPAC MT 46.3.2 est utilisée lorsque le sac entier est stocké à 54 ± 2 °C pendant 2 semaines afin de tester les propriétés physiques et des échantillons appropriés sont prélevés après le stockage du sac.
- Note 14** Le test des rayons UV et des intempéries doit être mené selon la procédure donnée en ISO 4892-3:2006, Tableau 4, Méthode A, Cycle n°1.

Figure 1 Les six positions recommandées, trois de chaque côté, couper le long de la diagonale à au moins 10 cm de toute bordure pour faire un échantillon représentatif de l'unité de produit.



9. DIRECTIVES RELATIVES AUX SPÉCIFICATIONS DES PESTICIDES BACTÉRIENS

Note: les directives relatives aux spécifications pour les pesticides bactériens (bactéries, champignons, virus, levures et autre) font actuellement (début 2016) l'objet d'une révision majeure et une nouvelle version est censée être disponible au téléchargement depuis les sites web respectifs de la FAO et de l'OMS d'ici fin 2016. En attendant, les directives relatives aux spécifications de ces catégories demeurent valables jusqu'à leur remplacement par la nouvelle version.

PESTICIDES BACTÉRIENS

PRÉMÉLANGES

- 9.1 Prémélanges de larvicides bactériens (TK)

FORMULATIONS SOLIDES POUR DISPERSION

- 9.11 Larvicides bactériens en poudres mouillables (WP)
- 9.12 Larvicides bactériens en granulés dispersables dans l'eau (WG)
- 9.13 Larvicides bactériens en comprimés dispersables dans l'eau (WT)

FORMULATIONS LIQUIDES POUR DISPERSION

- 9.21 Larvicides bactériens en concentrés fluidifiables (SC)

PESTICIDES VIRAUX

PESTICIDES FONGICIDES

9. DIRECTIVES RELATIVES AUX SPÉCIFICATIONS DES PESTICIDES BACTÉRIENS

Introduction

S'il y a lieu, les directives, clauses et limites à adopter pour les spécifications des larvicides bactériens sont similaires à celles identifiées dans les Sections 4 à 8 de ce Manuel. La justification des exigences et objectifs qui diffèrent est décrite ci-dessous. En plus de ces différences, lorsque l'utilisation de formulations de Bti est proposée dans de l'eau potable, la couleur, le goût et l'odeur doivent être inclus dans les spécifications. La teneur maximale en contaminants microbiens doit encore être déterminée, en cas d'utilisation pour de l'eau potable ou toute autre application de santé publique.

Description du produit. Le principe actif est décrit en termes de genre, espèce et souche de la bactérie. La description doit également inclure des informations sur la couleur, l'odeur et le goût si le produit est prévu pour une application à l'eau potable.

Identité du principe actif. Le but est de permettre l'identification de l'espèce et de la souche de la bactérie et d'identifier la collection de cultures de réputation internationale d'où peut être obtenu un matériau de référence étalon aux fins de vérification de la conformité aux spécifications.

Teneur en principe actif. Le but est d'assurer que la teneur en principe actif est décrite sans équivoque et une méthode de dosage de l'activité biologique (toxicité sur les moustiques cibles) est fournie à cet effet.

Impuretés, microbiennes. Le but est de limiter la teneur en contaminants microbiens qui pourraient autrement accroître les risques associés à la manipulation ou nuire à l'efficacité du matériau. À la différence de la plupart des autres impuretés, les impuretés microbiennes sont introduites facilement lors de l'échantillonnage et leur nombre peut augmenter avec le temps. L'échantillonnage et les méthodes des tests doivent être menés en utilisant des installations conçues spécialement et du personnel qualifié. La pertinence des impuretés microbiennes, et de leurs limites, ne peut pas être déterminée à l'aide de l'approche décrite dans la Section 3.1.D alors, à présent, elles sont déterminées au cas par cas par l'OMS/PCS.

Impuretés, chimiques. Cette clause est prévue spécifiquement pour limiter la teneur en bêta-exotoxine et, par conséquent, la possibilité d'effets néfastes sur les organismes non cibles.

Stabilité au stockage. Les pesticides microbiens ne se prêtent pas nécessairement au test MT 46.3 de la CIPAC et, par conséquent, cette clause est traitée au cas par cas.

9.1 PRÉMÉLANGES DE LARVICIDES BACTÉRIENS (TK)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans se référer à la Section 4. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [*Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] PRÉMÉLANGE

[numéro CIPAC]/TK (mois & année de publication)

9.1.1 *Description* (Note 1)

Le produit se compose de [*genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] ainsi que des sous-produits connexes de la voie de fabrication et doit être sous la forme de [description physique], exempt de toute matière étrangère visible et d'agents modificateurs ajoutés, à l'exception des stabilisateurs (conservateurs) et des agents de fluidité (Note 2), le cas échéant.

9.1.2 *Principe actif* (Note 3)

9.1.2.1 **Identité**

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

9.1.2.2 **Teneur en principe actif (activité biologique)**

La teneur en [*Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] doit être déclarée en Unités Toxiques Internationales (UTI/mg produit), et une fois déterminée par la méthode décrite dans la Note 4, l'activité biologique moyenne ne doit pas être inférieure à 90 pour cent de la teneur minimale déclarée.

9.1.3 *Impuretés pertinentes et contaminants*

9.1.3.1 **Contaminants microbiens et impuretés**

(Note 5.)

9.1.3.2 **Impuretés chimiques**

Le produit doit être exempt de bêta-exotoxine lorsqu'il est soumis à l'essai de toxicité sur les larves de mouches (Notes 6 et 7) ou à une méthode CLHP équivalente.

9.1.3.3 **Eau** (méthode d'essai M7R1 de l'OMS)

Maximum ... g/kg (Note 8).

9.1 Prémélanges de larvicides bactériens (TK)

9.1.4 Propriétés physiques

9.1.4.1 Intervalle de pH (CIPAC MT 75.3), le cas échéant

Intervalle de pH ... à ...

9.1.5 Stabilité au stockage

9.1.5.1 Stabilité à température élevée

(Méthode à élaborer – Note 9.)

Note 1 Le pré-mélange est l'organisme axénique unique (« pur ») avec toutes les composantes biologiques pertinentes qui lui sont associées, par ex. les toxines, les parties cellulaires et les spores. La description doit inclure des informations sur toute modification génétique de la souche utilisée.

Note 2 Un agent de fluidité peut être requis pour réduire l'électricité statique et l'agglomération des particules.

Note 3 Des informations doivent être fournies sur la source et les caractéristiques d'identification du matériel de référence pouvant être obtenu auprès d'une institution reconnue au plan international.

Note 4 Détermination de l'activité biologique (toxicité) du *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* et des produits *B. sphaericus*.

Principes

L'activité biologique est testée en comparant la mortalité des larves de moustiques produite par le produit soumis à l'essai à la mortalité produite par la norme de référence correspondante. L'activité biologique est mesurée en Unités toxiques internationales (UTI) par mg de produit.

Actuellement il y a deux poudres de référence internationalement reconnues qui permettent de déterminer l'activité biologique à l'aide de bio-essais des préparations bactériennes sur les larves de moustiques, lorsqu'elles sont utilisées en conjonction avec les méthodes décrites ci-dessous.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* (*Bti*) est comparée à celle d'une poudre de référence lyophilisée (IPS82, souche 1884) de cette espèce bactérienne, en utilisant des larves de *Aedes aegypti* (souche Bora Bora) au début du quatrième stade. La toxicité de IPS82 a une toxicité attribuée arbitrairement de 15 000 UTI/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus sphaericus* (*Bsph*) est déterminée par rapport à une poudre de référence lyophilisée (SPH88, souche 2362) de cette espèce bactérienne en utilisant des larves de *Culex pipiens* (souche Montpellier) au début du quatrième stade. La toxicité de SPH88 a une toxicité attribuée arbitrairement de 1 700 ITU/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

La toxicité de toutes les préparations bactériennes basées sur les *Bti* ou *Bsph* peut être déterminée par rapport aux poudres étalons ci-dessus. La toxicité (UTI/mg) des produits testés est déterminée selon la formule suivante:

$$\text{titre (ITU/mg) du produit testé} = \frac{\text{titre standard (ITU/mg)} \times \text{LC}_{50} \text{ (mg/l) standard}}{\text{LC}_{50} \text{ (mg/l) inconnue "X"}}$$

L'utilisation de poudres larvicides bactériennes de référence alternatives et/ou de souches alternatives de moustiques dans ce test doit être abordée avec prudence car il est inévitable qu'il en sera obtenu des résultats différents. Ces alternatives doivent être soumises à un étalonnage croisé soigné par rapport aux poudres et/ou souches de référence identifiées ci-dessus. Dans l'idéal, cet étalonnage croisé doit être mené par un groupe de laboratoires experts indépendants. Les poudres/souches, et les données de l'étalonnage croisé qui les appuieront, doivent être mises à la disposition de quiconque souhaite utiliser, ou vérifier, le test avec les poudres/souches alternatives.

Méthode**Appareils et réactifs**

Agitateur ou homogénéisateur à entraînement supérieur
 Bain de glace (conteneur de glace pilée).
 Balance analytique (précise à ± 0.1 mg).
 Balance à plateau supérieur (précise à ± 10 mg), de préférence avec fonction de tare.
 Eau désionisée.
 Agent de mouillage (par ex. Tween 80).
 Verre borosilicaté ou béchers en plastiques de 200 ml.
 Bouteille en verre transparent de 500 ml à large ouverture et bouchon à vis.
 Bouteilles en verre transparent de 100 ml à bouchon à vis.
 Micropipette.
 Pipette de 10 ml.
 Tubes en plastique de 12 ml avec bouchons ou capuchons.
 Gobelets en plastique ou en papier ciré de 200 ml.

(i) Préparation des suspensions étalons de référence pour l'étalonnage du titrage biologique

Avant de préparer la suspension, vérifier que l'agitation/mélange de l'agent mouillant/eau, décrit dans le paragraphe suivant, n'entraîne pas la formation de mousse. Si c'est le cas, diluer (par ex. 1:10) l'agent mouillant avant utilisation.

Peser avec précision environ 50 mg (à 0,1 mg près) de la poudre étalon de référence et la transférer dans un bécher de 200 ml avec 100 ml d'eau désionisée (elle peut être transférée directement dans la bouteille de 500 ml si l'ouverture est assez large pour accepter la tête de l'agitateur/mélangeur). Laisser le mélange reposer 30 mn et ajouter une petite goutte (environ 0,2 mg) d'agent mouillant. Placer le bécher dans le bain de glace et agiter ou mélanger le mélange pendant deux minutes. Vérifier visuellement la présence éventuelle de grosses particules restantes et reprendre l'agitation ou le mélange s'il y en a. Peser ou tarer la bouteille de 500 ml et y transférer la suspension/solution, rincer soigneusement et minutieusement le bécher et l'agitateur/mélangeur. Ajouter encore de l'eau désionisée pour parvenir à un poids du contenu de 500 g (500 ml), fermer la bouteille et secouer vigoureusement pour mélanger le contenu. Confirmer, par examen microscopique d'une petite aliquote, qu'il ne demeure aucun agrégat de spores et de cristaux. S'il y en a encore, le contenu doit de nouveau être agité/mélangé dans le bain de glace. Cette suspension/solution primaire contient 1 mg/10 ml et doit être secouée vigoureusement immédiatement avant d'enlever les aliquotes.

Transférer 10 ml d'aliquotes de la solution/suspension primaire dans des tubes propres de 12 ml qui sont bouché/fermés immédiatement. En transférant un certain nombre d'aliquotes, bouchonner et secouer la suspension/solution primaire à des intervalles n'excédant pas trois minutes car les spores et les cristaux se sédimentent rapidement dans l'eau. Les aliquotes peuvent être stockées pendant un mois à 4 °C et pendant deux ans dans un congélateur à -18 °C. Chacune contient 1 mg de poudre étalon.

Pour préparer une « solution mère », peser ou tarer une bouteille de 100 ml. Transférer une des aliquotes de 10 ml dans la bouteille de 100 ml, rincer soigneusement au moins deux fois avec de l'eau désionisée, et remplir jusqu'à un total de 100 g. Secouer le mélange vigoureusement (ou utiliser le mélangeur) pour produire une suspension homogène. Les aliquotes congelées doivent être homogénéisées soigneusement avant utilisation car les particules s'agglomèrent durant la congélation. La « solution mère » contient 10 mg/l.

À partir de la « solution mère », les dilutions suivantes sont préparées directement dans des gobelets en plastique remplis (en pesant) avec 150 ml d'eau désionisée. Dans chaque gobelet, 25 larves au début du stade L4 de *Aedes aegypti* ou de *Culex pipiens* (en fonction des espèces bactériennes à tester: *Aedes* pour *Bti* et larves de *Culex* pour *B. sphaericus*) sont ajoutées d'abord au moyen d'une pipette Pasteur, avant l'ajout des suspensions bactériennes. Le volume d'eau ajouté avec les larves est enlevé du gobelet (en pesant) et jeté, pour éviter de modifier le volume dans le gobelet. À l'aide de micropipettes, 600 μ l, 450 μ l, 300 μ l, 150 μ l, 120 μ l et 75 μ l de « solution mère » sont

ajoutés dans des gobelets distincts et les solutions mélangées pour produire des concentrations finales de 0,04, 0,03, 0,02, 0,01, 0,008 et 0,005 mg/l, respectivement, de la poudre étalon de référence. Quatre gobelets identiques sont utilisés pour chaque concentration et un comme témoin, qui contient seulement 150 ml d'eau désionisée.

(ii) Préparation des suspensions du produit à tester

Pour le titrage biologique des préparations de produits secs (TK, WP, WG, WT) de toxicité inconnue, un homogénat initial est fait de la même manière que celle décrite pour la poudre étalon de référence ci-dessus sauf que les déterminations répétées doivent être faites sur des dilutions préparées en pesant des portions d'essai séparées du produit. Ce sont donc quatre suspensions/solutions primaires répétées qui doivent être préparées. Pour le dosage d'une formulation liquide (SC), après une bonne agitation, 100 mg sont pesés au lieu de 50 mg (la « solution mère » correspondant alors à 20 mg/l). Les gobelets et les larves sont préparés comme décrit ci-dessus et des dilutions comparables sont préparées en ce qui concerne la norme de référence.

Pour les produits à la toxicité inconnue, effectuer des titrages biologiques de détermination de la gamme, à l'aide d'une large gamme de concentrations du produit à l'essai pour déterminer sa toxicité approximative. Les résultats sont ensuite utilisés pour déterminer une plage plus étroite de concentrations pour un titrage biologique plus précis.

(iii) Détermination de la toxicité

Aucune nourriture n'est ajoutée pour les larve de *Aedes*. Pour le titrage biologique des *Culex*, un extrait de levure finement moulue (1,5 mg) est ajouté à l'eau et mélangé pour produire une concentration de 10 mg/l. Tous les tests doivent être menés à 28 ± 2 °C, avec un cycle 12 heures de lumière/12 heures d'obscurité. Pour éviter les effets néfastes de l'évaporation de l'eau en cas de faible humidité, l'humidité relative doit être maintenue à $50 \pm 15\%$, si possible.

Chaque série de de titrages biologiques doit de préférence impliquer 6 concentrations x 4 répliques x 25 larves pour l'étalon de référence et l'inconnu et 100 larves pour le témoin. Le but est d'identifier une gamme de concentrations qui donnent une mortalité entre 5 et 95% (car 100 larves sont utilisées). Les données donnant 0 ou 100% de mortalité sont ignorées pour le calcul de la CL_{50} . Pour préparer une courbe dose-réponse valide, seules les concentrations donnant des valeurs entre 95% et 5% de mortalité doivent être utilisées. Au moins deux points de dilution doivent être supérieurs à la CL_{50} et deux inférieurs, pour garantir la validité de la valeur. La sensibilité de la colonie d'insectes peut exiger qu'une série de six dilutions légèrement différentes soit utilisée.

La mortalité est déterminée à 24 et 48 h en comptant le nombre de larves vivantes restantes. En cas de nymphose, les pupes doivent être enlevées et leur nombre exclu du calcul. Si plus de cinq pour cent des larves se nymphosent, le test est invalidé car les larves n'ingèrent rien avant la nymphaison et trop de larves ont survécu uniquement parce qu'elles étaient trop âgées. Du fait de l'action destructrice très rapide du *Bti*, il n'y a généralement pas de différence entre la mortalité à 24 heures et à 48 heures. Dans ce cas, le compte à 48 heures confirme la lecture à 24 heures et offre une vérification de l'influence possible de facteurs autres que les composantes du *Bti*. La mortalité est enregistrée à 48 h pour les préparations du *Bsph*, en raison de son taux d'action plus lent.

Si la mortalité du groupe témoin dépasse 5%, les mortalités des groupes traités doivent être traitées selon la formule d'Abbott [Abbott, W. S. (1925). Méthode pour calculer l'efficacité d'un insecticide. *Journal of Economic Entomology*, **18**, 265-267]:

$$\text{pourcentage (\%) témoin} = \frac{X - Y}{X \times 100}$$

où X = % de survie dans l'échantillon témoin,
Y = % de survie dans l'échantillon traité.

Les tests avec une mortalité de l'échantillon témoin supérieure à 10%, ou une nymphaison supérieure à 5%, doivent être écartés. Des lignes de régression mortalité-concentration peuvent être dessinées sur du papier gaussien-logarithmique mais c'est plutôt subjectif. Il est préférable d'utiliser un programme statistique, comme SAS, qui intègre une analyse Log Probit. Avec un tel programme statistique, la formule d'Abbott n'est pas nécessaire car la correction est effectuée automatiquement par le programme. La toxicité d'une préparation inconnue est déterminée par l'estimation et la comparaison des CL₅₀ du produit testé et des préparations étalons de référence, à l'aide des formules décrites ci-dessus. La toxicité des préparations *Bti* est définie par le compte à 24 h après le début du test, tandis que la toxicité du *Bsph* est définie par le compte après 48 h d'exposition larvaire.

Pour une précision accrue, les titrages biologiques doivent être répétés sur au moins trois jours différents, en même temps que le titrage de l'étalon de référence, et l'écart type des moyennes doit être calculé. Une série de tests est valide si l'écart type relatif (ETR ou coefficient de variation, CV) est inférieur à 25 pour cent.

(iv) Production des larves des tests

Les larves L4 sont représentatives de la sensibilité totale de la population cible et pratiques à gérer. Il est très important d'utiliser une population homogène du début du quatrième stade, qui est obtenue dans les cinq jours suivant l'éclosion en utilisant les méthodes d'élevage normalisées.

Pour les *Aedes aegypti*, les œufs sont pondus dans un gobelet recouvert d'un papier filtre et rempli au tiers d'eau désionisée. Le papier est séché à température ambiante et conservé plusieurs mois en le stockant dans un sac plastique scellé à température ambiante. Lorsque des larves sont nécessaires, le papier est immergé dans de l'eau déchlorée. Pour synchroniser l'éclosion, ajouter l'alimentation des larves dans l'eau 24 heures avant d'ajouter les œufs. La croissance bactériologique va désoxygéner l'eau et déclencher l'éclosion des œufs. Cela pousse généralement le premier stade larvaire à éclore dans les 12 heures. Ces larves sont ensuite transférées dans un conteneur (25 x 25 cm de profondeur) contenant 2 litres d'eau déchlorée pour obtenir une population de 500 à 700 larves par conteneur. L'alimentation des larves peut consister en des flacons de protéines comme ceux utilisés pour les poissons d'aquarium, ou des biscuits pour chat en poudre, et les conteneurs sont conservés à 25 ± 2 °C. Il est important que la quantité d'aliments reste faible pour éviter une forte croissance bactérienne qui tue les larves. Plusieurs séances d'alimentation à un ou deux jours d'intervalle et une observation quotidienne est ce qu'il y a de mieux. Si l'eau devient trouble, remplacer toute l'eau en filtrant les larves et en les transférant dans un récipient propre avec de l'eau propre et de l'alimentation. Cinq à sept jours plus tard, on devrait obtenir une population homogène au début du quatrième stade larvaire (âgés de 5 jours et longs de 4 à 5 mm).

Pour les larves de *Culex pipiens*, il est plus difficile d'obtenir une population homogène du quatrième stade larvaire. Tout d'abord, un grand nombre de nacelles d'œufs doivent être pondues et collectées le même jour. Ils peuvent être stockés à 15-18 °C afin d'accumuler plus d'œufs pour l'éclosion. Les premiers stades larvaires sont fragiles et ne doivent donc pas être manipulés. Le développement vers le deuxième stade larvaire prend généralement 3 à 4 jours à 25 ± 2 °C après la ponte des œufs. Lorsqu'ils sont prêts, les deuxièmes stades larvaires sont regroupés dans un bac avec trois litres d'eau déchlorée de 4 à 6 cm de profondeur – 800 à 1 000 larves par bac. L'alimentation (extrait de levure et biscuits pour chiens ou chats) est fournie selon les besoins. Les quatrièmes stades larvaires précoces convenant aux tests sont généralement obtenus au bout de sept jours, même si parfois il faut huit ou neuf jours.

Note 5

Les teneurs maximales acceptables de contaminants microbiens n'ont pas encore été déterminées.

9.1 Prémélanges de larvicides bactériens (TK)

Note 6 Essai de toxicité sur les larves de mouches: Bond R. P. M., *et al.* The thermostable exotoxin of *Bacillus thuringiensis*. In: Burges H. D. et Hussey N. W., eds. Microbial control of insects and mites. Academic Press, London, 1971.

Note 7 Aucun test n'est requis si le fabricant a montré que la souche de *Bacillus thuringiensis* n'est pas capable de produire de bêta exotoxine. Aucun test n'est requis pour les *Bacillus sphaericus*, car cette espèce n'est pas connue pour produire des exotoxines.

Note 8 Généralement, la teneur en eau ne doit pas dépasser 5% afin d'empêcher la dégradation prématurée du produit.

Note 9 Les larvicides microbiens doivent être entreposés à des températures fraîches mais des tests accélérés de stabilité au stockage seraient extrêmement utiles pour des contrôles rapides de la stabilité au stockage des produits. Pour l'instant, il n'existe pas de méthode normalisée. En l'absence de test accéléré de la stabilité au stockage, il est recommandé que les normes minimales suivantes soient respectées:

- a) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés à 5 °C pendant 2 ans; et
- b) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés entre 20 et 25 °C pendant 1 an.

Ces tests de la stabilité au stockage doivent être effectués à l'aide d'échantillons de produits représentatifs et l'activité biologique doit être évaluée à l'aide des méthodes d'essai décrites dans la Note 4.

Les résultats du test de l'activité biologique peuvent varier jusqu'à $\pm 25\%$ de la moyenne et cela doit être pris en compte en déterminant la perte d'activité. Si les données des tests sur un et deux ans ne sont pas disponibles au moment de la rédaction d'une spécification, une estimation de la stabilité au stockage peut être acceptable, en attendant la fin des tests.

9.11 Larvicides bactériens en poudre mouillable (WP)

9.11 LARVICIDES BACTÉRIENS EN POUDRES MOUILLABLES (WP)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans fournir de justification. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [**Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie**] **POUDRE MOUILLABLE**

[numéro CIPAC]/WP (mois & année de publication)

9.11.1 **Description** (Note 1)

Le produit se compose d'un mélange homogène de [*genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] (Note 2) conforme aux exigences de la spécification de l'OMS, ainsi que des charges et de tout autre agent de formulation nécessaire. La formulation doit être sèche, fluide et exempte de toute matière étrangère visible et de grumeaux durs. La formulation doit être en couleur.

9.11.2 **Principe actif** (Note 3)

9.11.2.1 **Identité**

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

9.11.2.2 **Teneur en principe actif (activité biologique)**

La teneur en [*Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] doit être déclarée en Unités Toxiques Internationales (UTI/mg produit), et une fois déterminée par la méthode décrite dans la Note 4, l'activité biologique moyenne ne doit pas être inférieure à 90 pour cent de la teneur minimale déclarée.

9.11.3 **Impuretés pertinentes et contaminants**

9.11.3.1 **Contaminants microbiens**

(Note 5)

9.11.3.2 **Impuretés chimiques**

Le produit doit être exempt de bêta-exotoxine lorsqu'il est soumis à l'essai de toxicité sur les larves de mouches (Notes 6 et 7) ou à une méthode CLHP équivalente.

9.11.3.3 **Eau** (CIPAC MT 75.3)

Maximum g/kg (Note 8).

9.11 Larvicides bactériens en poudre mouillable (WP)

9.11.4 **Propriétés physiques**

9.11.4.1 **Intervalle de pH** (CIPAC MT 75.3), le cas échéant

Intervalle de pH à

9.11.4.2 **Mousse persistante** (CIPAC MT 47.3) (Note 9)

Maximum: ml après une minute.

9.11.4.3 **Test du tamis humide** (CIPAC MT 185)

Maximum:% de la formulation doit être retenu sur un tamis d'essai de μm .

9.11.4.4 **Suspensibilité** (CIPAC MT 184) (Note 10)

Un minimum de% du produit doit être en suspension après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 11).

9.11.4.5 **Mouillabilité** (CIPAC MT 53.3) (Note 12)

La formulation doit être complètement mouillée en mn.

9.11.5 **Stabilité au stockage**

9.11.5.1 **Stabilité à température élevée**

(Méthode à élaborer – Note 13)

Note 1 En plus des caractéristiques décrites dans la clause, l'odeur et le goût peuvent également être des critères importants d'acceptabilité du produit lorsque le produit est destiné à être appliqué dans l'approvisionnement d'eau potable. Il n'y a pas de tests objectifs ou concordants pour déterminer l'acceptabilité de ces caractéristiques. Si l'odeur et le goût doivent être vérifiés, il est recommandé que, à cet effet, le produit soit dilué au taux le plus élevé d'utilisation.

Note 2 L'organisme unique axénique (« pur ») avec toutes les composantes biologiques pertinentes qui lui sont associées, par ex. les toxines, les parties cellulaires et les spores. La description doit inclure des informations sur toute modification génétique de la souche utilisée.

Note 3 Des informations doivent être fournies sur la source et les caractéristiques d'identification du matériel de référence pouvant être obtenu auprès d'une institution reconnue au plan international.

Note 4 Détermination de l'activité biologique (toxicité) du *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* et des produits *B. sphaericus*.

Principes

L'activité biologique est testée en comparant la mortalité des larves de moustiques produite par le produit soumis à l'essai à la mortalité produite par la norme de référence correspondante. L'activité biologique est mesurée en Unités toxiques internationales (UTI) par mg de produit.

Actuellement il y a deux poudres de référence internationalement reconnues qui permettent de déterminer l'activité biologique à l'aide de titrages biologiques des préparations bactériennes sur les larves de moustiques, lorsqu'elles sont utilisées en conjonction avec les méthodes décrites ci-dessous.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* (*Bti*) est comparée à celle d'une poudre de référence lyophilisée (IPS82, souche 1884) de cette espèce bactérienne, en utilisant des larves de *Aedes aegypti*

(souche Bora Bora) au début du quatrième stade. La toxicité de IPS82 a une toxicité attribuée arbitrairement de 15 000 UTI/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus sphaericus* (*Bsph*) est déterminée par rapport à une poudre de référence lyophilisée (SPH88, souche 2362) de cette espèce bactérienne en utilisant des larves de *Culex pipiens pipiens* (souche Montpellier) au début du quatrième stade. La toxicité de SPH88 a une toxicité attribuée arbitrairement de 1 700 ITU/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

La toxicité de toutes les préparations bactériennes basées sur les *Bti* ou *Bsph* peut être déterminée par rapport aux poudres étalons ci-dessus. La toxicité (UTI/mg) des produits testés est déterminée selon la formule suivante:

$$\text{titre (ITU/mg) du produit testé} = \frac{\text{titre standard (ITU/mg)} \times \text{CL}_{50} \text{ (mg/l) standard}}{\text{CL}_{50} \text{ (mg/l) inconnue "X"}}$$

L'utilisation de poudres larvicides bactériennes de référence alternatives et/ou de souches alternatives de moustiques dans ce test doit être abordée avec prudence car il est inévitable qu'il en sera obtenu des résultats différents. Ces alternatives doivent être soumises à un étalonnage croisé soigné par rapport aux poudres et/ou souches de référence identifiées ci-dessus. Dans l'idéal, cet étalonnage croisé doit être mené par un groupe de laboratoires experts indépendants. Les poudres/souches, et les données de l'étalonnage croisé qui les appuieront, doivent être mises à la disposition de quiconque souhaite utiliser, ou vérifier, le test avec les poudres/souches alternatives.

Méthode

Appareils et réactifs

homogénéisateur à entraînement supérieur ou agitateur

Bain de glace (conteneur de glace pilée).

Balance analytique (précise à ± 0.1 mg).

Balance à plateau supérieur (précise à ± 10 mg), de préférence avec fonction de tare.

Eau désionisée.

Agent de mouillage (par ex. Tween 80).

Verre borosilicaté ou béchers en plastiques de 200 ml.

Bouteille en verre transparent de 500 ml à large ouverture et bouchon à vis.

Bouteilles en verre transparent de 100 ml à bouchon à vis.

Micropipette.

Pipette de 10 ml.

Tubes en plastique de 12 ml avec bouchons ou capuchons.

Gobelets en plastique ou en papier ciré de 200 ml.

(i) Préparation des suspensions étalons de référence pour l'étalonnage du titrage biologique

Avant de préparer la suspension, vérifier que l'agitation/mélange du mélange agent mouillant/eau, décrit dans le paragraphe suivant, n'entraîne pas la formation de mousse. Si c'est le cas, diluer (par ex. 1:10) l'agent mouillant avant utilisation.

Peser avec précision environ 30 mg (à 0,1 mg près) de la poudre étalon de référence et la transférer dans un bécher de 200 ml avec 100 ml d'eau désionisée (elle peut être transférée directement dans la bouteille de 500 ml si l'ouverture est assez large pour accepter la tête de l'agitateur/mélangeur). Laisser le mélange reposer 30 mn et ajouter une petite goutte (environ 0,2 mg) d'agent mouillant. Placer le bécher dans le bain de glace et agiter ou mélanger le mélange pendant deux minutes. Vérifier visuellement la présence éventuelle de grosses particules restantes et reprendre l'agitation ou le mélange s'il y en a. Peser ou tarer la bouteille de 500 ml et y transférer la suspension/solution, rincer soigneusement et minutieusement le bécher et l'agitateur/mélangeur. Ajouter encore de l'eau désionisée pour parvenir à un poids du contenu de 500 g (500 ml), fermer la bouteille et secouer vigoureusement pour mélanger le contenu. Confirmer, par examen microscopique d'une petite aliquote, qu'il ne demeure aucun agrégat de spores et de cristaux. S'il y en a encore, le contenu doit de nouveau être agité/mélangé dans le bain de glace. Cette suspension/solution primaire contient 1 mg/10 ml et doit être secouée vigoureusement immédiatement avant d'enlever les aliquotes.

Transférer 10 ml d'aliqotes de la solution/suspension primaire dans des tubes propres de 12 ml qui sont bouché/fermés immédiatement. En transférant un certain nombre d'aliqotes, bouchonner et secouer la suspension/solution primaire à des intervalles n'excédant pas trois minutes car les spores et les cristaux se sédimentent rapidement dans l'eau. Les aliqotes peuvent être stockées pendant un mois à 4 °C et pendant deux ans dans un congélateur à -18 °C. Chacune contient 1 mg de poudre étalon.

Pour préparer une « solution mère », peser ou tarer une bouteille de 100 ml. Transférer une des aliqotes de 10 ml dans la bouteille de 100 ml, rincer soigneusement au moins deux fois avec de l'eau désionisée, et remplir jusqu'à un total de 100 g. Secouer le mélange vigoureusement (ou utiliser le mélangeur) pour produire une suspension homogène. Les aliqotes congelées doivent être homogénéisées soigneusement avant utilisation car les particules s'agglomèrent durant la congélation. La « solution mère » contient 10 mg/l.

À partir de la « solution mère », les dilutions suivantes sont préparées directement dans des gobelets en plastique remplis (en pesant) avec 150 ml d'eau désionisée. Dans chaque gobelet, 25 larves au début du stade L4 de *Aedes aegypti* ou de *Culex pipiens* (en fonction des espèces bactériennes à tester: *Aedes* pour *Bti* et larves de *Culex* pour *B. sphaericus*) sont ajoutées d'abord au moyen d'une pipette Pasteur, avant l'ajout des suspensions bactériennes. Le volume d'eau ajouté avec les larves est enlevé du gobelet (en pesant) et jeté, pour éviter de modifier le volume dans le gobelet. À l'aide de micropipettes, 600 µl, 450 µl, 300 µl, 150 µl, 120 µl et 75 µl de « solution mère » sont ajoutés dans des gobelets distincts et les solutions mélangées pour produire des concentrations finales de 0,04, 0,03, 0,02, 0,01, 0,008 et 0,005 mg/l, respectivement, de la poudre étalon de référence. Quatre gobelets identiques sont utilisés pour chaque concentration et un comme témoin, qui contient seulement 150 ml d'eau désionisée.

(ii) Préparation des suspensions du produit à tester

Pour le titrage biologique des préparations de produits secs (TK, WP, WG, WT) de toxicité inconnue, un homogénat initial est fait de la même manière que celle décrite pour la poudre étalon de référence ci-dessus sauf que les déterminations répétées doivent être faites sur des dilutions préparées en pesant des portions d'essai séparées du produit. Ce sont donc quatre suspensions/solutions primaires répétées qui doivent être préparées. Pour le dosage d'une formulation liquide (SC), après une bonne agitation, 100 mg sont pesés au lieu de 50 mg (la « solution mère » correspondant alors à 20 mg/l). Les gobelets et les larves sont préparés comme décrit ci-dessus et des dilutions comparables sont préparées en ce qui concerne la norme de référence.

Pour les produits à la toxicité inconnue, effectuer des titrages biologiques de détermination de la gamme, à l'aide d'une large gamme de concentrations du produit à l'essai pour déterminer sa toxicité approximative. Les résultats sont ensuite utilisés pour déterminer une plage plus étroite de concentrations pour un titrage biologique plus précis.

(iii) Détermination de la toxicité

Aucune nourriture n'est ajoutée pour les larve de *Aedes*. Pour le titrage biologique des *Culex*, un extrait de levure finement moulue (1,5 mg) est ajouté à l'eau et mélangé pour produire une concentration de 10 mg/l. Tous les tests doivent être menés à 28 ± 2 °C, avec un cycle 12 heures de lumière/12 heures d'obscurité. Pour éviter les effets néfastes de l'évaporation de l'eau en cas de faible humidité, l'humidité relative doit être maintenue à $50 \pm 15\%$, si possible.

Chaque série de titrages biologiques doit de préférence impliquer 6 concentrations x 4 répliques x 25 larves pour l'étalon de référence et l'inconnu et 100 larves pour le témoin. Le but est d'identifier une gamme de concentrations qui donnent une mortalité entre 5 et 95% (car 100 larves sont utilisées). Les données donnant 0 ou 100% de mortalité sont ignorées pour le calcul de la CL_{50} . Pour préparer une courbe dose-réponse valide, seules les concentrations donnant des valeurs entre 95% et 5% de mortalité doivent être utilisées. Au moins deux points de dilution doivent être supérieurs à la CL_{50} et deux inférieurs, pour garantir la validité de la valeur. La sensibilité de la colonie d'insectes peut exiger qu'une série de six dilutions légèrement différentes soit utilisée.

La mortalité est déterminée à 24 et 48 h en comptant le nombre de larves vivantes restantes. En cas de nymphose, les pupes doivent être enlevées et leur nombre exclu du calcul. Si plus de cinq pour cent des larves se nymphosent, le test est invalidé car les larves n'ingèrent rien avant la nymphaison et trop de larves ont survécu uniquement parce qu'elles étaient trop âgées. Du fait de l'action destructrice très rapide du *Bti*, il n'y a généralement pas de différence entre la mortalité à 24 heures et à 48 heures. Dans ce cas, le compte à 48 heures confirme la lecture à 24 heures et offre une vérification de l'influence possible de facteurs autres que les composantes du *Bti*. La mortalité est enregistrée à 48 h pour les préparations du *Bsph*, en raison de son taux d'action plus lent.

Si la mortalité du groupe témoin dépasse 5%, les mortalités des groupes traités doivent être traitées selon la formule d'Abbott [Abbott, W. S. (1925). Méthode pour calculer l'efficacité d'un insecticide. *Journal of Economic Entomology*, **18**, 265-267]:

$$\text{pourcentage (\%) témoin} = \frac{X - Y}{X \times 100}$$

où X = % de survie dans l'échantillon témoin,
Y = % de survie dans l'échantillon traité.

Les tests avec une mortalité de l'échantillon témoin supérieure à 10%, ou une nymphaison supérieure à 5%, doivent être écartés. Des lignes de régression mortalité-concentration peuvent être dessinées sur du papier gaussien-logarithmique mais c'est plutôt subjectif. Il est préférable d'utiliser un programme statistique, comme SAS, qui intègre une analyse Log Probit. Avec un tel programme statistique, la formule d'Abbott n'est pas nécessaire car la correction est effectuée automatiquement par le programme. La toxicité d'une préparation inconnue est déterminée par l'estimation et la comparaison des CL₅₀ du produit testé et des préparations étalons de référence, à l'aide des formules décrites ci-dessus. La toxicité des préparations *Bti* est définie par le compte à 24 h après le début du test, tandis que la toxicité du *Bsph* est définie par le compte après 48 h d'exposition larvaire.

Pour une précision accrue, les titrages biologiques doivent être répétés sur au moins trois jours différents, en même temps que le titrage de l'étalon de référence, et l'écart type des moyennes être calculé. Une série de tests est valide si l'écart type relatif (ETR ou coefficient de variation, CV) est inférieur à 25 pour cent.

(iv) Production des larves des tests

Les larves L4 sont représentatives de la sensibilité totale de la population cible et pratiques à gérer. Il est très important d'utiliser une population homogène du début du quatrième stade, qui est obtenue dans les cinq jours suivant l'éclosion en utilisant les méthodes d'élevage normalisées.

Pour les *Aedes aegypti*, les œufs sont pondus dans un gobelet recouvert d'un papier filtre et rempli au tiers d'eau désionisée. Le papier est séché à température ambiante et conservé plusieurs mois en le stockant dans un sac plastique scellé à température ambiante. Lorsque des larves sont nécessaires, le papier est immergé dans de l'eau déchlorée. Pour synchroniser l'éclosion, ajouter l'alimentation des larves dans l'eau 24 heures avant d'ajouter les œufs. La croissance bactériologique va désoxygéner l'eau et déclencher l'éclosion des œufs. Cela pousse généralement le premier stade larvaire à éclore dans les 12 heures. Ces larves sont ensuite transférées dans un conteneur (25 x 25 cm de profondeur) contenant 2 litres d'eau déchlorée pour obtenir une population de 500 à 700 larves par conteneur. L'alimentation des larves peut consister en des flacons de protéines comme ceux utilisés pour les poissons d'aquarium, ou des biscuits pour chat en poudre, et les conteneurs sont conservés à 25 ± 2 °C. Il est important que la quantité d'aliments reste faible pour éviter une forte croissance bactérienne qui tue les larves. Plusieurs séances d'alimentation à un ou deux jours d'intervalle et une observation quotidienne est ce qu'il y a de mieux. Si l'eau devient trouble, remplacer toute l'eau en filtrant les larves et en les transférant dans un récipient propre avec de l'eau propre et de l'alimentation. Cinq à sept jours plus tard, on devrait obtenir une population homogène au début du quatrième stade larvaire (âgés de 5 jours et longs de 4 à 5 mm).

9.11 Larvicides bactériens en poudre mouillable (WP)

Pour les larves de *Culex pipiens pipiens*, il est plus difficile d'obtenir une population homogène du quatrième stade larvaire. Tout d'abord, un grand nombre de nacelles d'œufs doivent être pondues et collectées le même jour. Elles peuvent être stockées à 15-18 °C afin d'accumuler plus d'œufs pour l'éclosion. Les premiers stades larvaires sont fragiles et ne doivent donc pas être manipulés. Le développement vers le deuxième stade larvaire prend généralement 3 à 4 jours à 25 ± 2° C après la ponte des œufs. Lorsqu'ils sont prêts, les deuxièmes stades larvaires sont regroupés dans un bac avec trois litres d'eau déchlorée de 4 à 6 cm de profondeur – 800 à 1 000 larves par bac. L'alimentation (extrait de levure et biscuits pour chiens ou chats) est fournie selon les besoins. Les quatrièmes stades larvaires précoces convenant aux tests sont généralement obtenus au bout de sept jours, même si parfois il faut huit ou neuf jours.

Note 5 Les teneurs maximales acceptables de contaminants microbiens n'ont pas encore été déterminées.

Note 6 Essai de toxicité sur les larves de mouches: Bond R. P. M., *et al.* The thermostable exotoxin of *Bacillus thuringiensis*. In: Burges H. D. et Hussey N. W., eds. Microbial control of insects and mites. Academic Press, London, 1971.

Note 7 Aucun test n'est requis si le fabricant a montré que la souche de *Bacillus thuringiensis* n'est pas capable de produire de bêta exotoxine. Aucun test n'est requis pour les *Bacillus sphaericus*, car cette espèce n'est pas connue pour produire des exotoxines.

Note 8 Généralement, la teneur en eau ne doit pas dépasser 5% afin d'empêcher la dégradation prématurée du produit.

Note 9 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit être au plus haut taux d'utilisation recommandé par le fournisseur.

Note 10 Le titrage biologique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du titrage biologique. En cas de litige, la méthode du titrage biologique sera la méthode d'arbitrage.

Note 11 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées.

Note 12 La méthode à utiliser doit être indiquée, que ce soit en tournoyant ou non. La formulation doit être complètement mouillée en moins de deux minutes pour une performance optimale.

Note 13 Les larvicides microbiens doivent être entreposés à des températures fraîches mais des tests accélérés de stabilité au stockage seraient extrêmement utiles pour des contrôles rapides de la stabilité au stockage des produits. Pour l'instant, il n'existe pas de méthode normalisée. En l'absence de test accéléré de la stabilité au stockage, il est recommandé que les normes minimales suivantes soient respectées:

- a) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés à 5 °C pendant 2 ans; et
- b) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés entre 20 et 25 °C pendant 1 an.

Ces tests de la stabilité au stockage doivent être effectués à l'aide d'échantillons de produits représentatifs et l'activité biologique doit être évaluée à l'aide des méthodes d'essai décrites dans la Note 4.

Les résultats du test de l'activité biologique peuvent varier jusqu'à ± 25% de la moyenne et cela doit être pris en compte en déterminant la perte d'activité. Si les données des tests sur un et deux ans ne sont pas disponibles au moment de la rédaction d'une spécification, une estimation de la stabilité au stockage peut être acceptable, en attendant la fin des tests.

9.12 Larvicides bactériens en granulés dispersables dans l'eau (WG)

9.12 LARVICIDES BACTÉRIENS EN GRANULÉS DISPERSABLES DANS L'EAU (WG)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans fournir de justification. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [**Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie**] **GRANULÉS DISPERSABLES DANS L'EAU**

[numéro CIPAC]/WG (mois & année de publication)

9.12.1 **Description** (Note 1)

Le produit se compose d'un mélange homogène de [*genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] (Note 2) conforme aux exigences de la spécification de l'OMS, ainsi que des charges et de tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme de granulés (Note 3) pour application après désintégration et dispersion dans l'eau. La formulation doit être sèche, fluide et exempte de toute matière étrangère visible et de grumeaux durs. La formulation doit être en couleur.

9.12.2 **Principe actif** (Note 4)

9.12.2.1 **Identité**

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

9.12.2.2 **Teneur en principe actif (activité biologique)**

La teneur en [*Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] doit être déclarée en Unités Toxiques Internationales (UTI/mg produit), et une fois déterminée par la méthode décrite dans la Note 5, l'activité biologique moyenne ne doit pas être inférieure à 90 pour cent de la teneur minimale déclarée.

9.12.3 **Impuretés pertinentes et contaminants**

9.12.3.1 **Contaminants microbiens**

(Note 6.)

9.12.3.2 **Impuretés chimiques**

Le produit doit être exempt de bêta-exotoxine lorsqu'il est soumis à l'essai de toxicité sur les larves de mouches (Notes 7 et 8) ou à une méthode CLHP équivalente.

9.12.3.3 **Eau** (Méthode d'essai M7R1 de l'OMS)

Maximum g/kg (Note 9).

9.12.4 **Propriétés physiques**

9.12.4.1 **Intervalle de pH** (CIPAC MT 75.3), le cas échéant

Intervalle de pH à

9.12.4.2 **Mousse persistante** (CIPAC MT 47.3)

Maximum: ml après une minute.

9.12.4.3 **Test du tamis humide** (CIPAC MT 185)

Maximum:% de la formulation doit être retenu sur un tamis d'essai de μm .

9.12.4.4 **Dispersibilité** (CIPAC MT 174)

Un minimum de% du produit doit être en suspension après 5 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC (Note 10).

9.12.4.5 **Suspensibilité** (CIPAC MT 184) (Note 11)

Un minimum de% du produit doit être en suspension après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 10).

9.12.4.6 **Mouillabilité** (CIPAC MT 53.3) (Note 12)

La formulation doit être complètement mouillée en..... min.

9.12.4.7 **Teneur en poussières** (CIPAC MT 171.1) (Note 13)

La formulation doit avoir un maximum de poussières collectées de 30 mg avec la méthode gravimétrique ou un facteur de poussière maximum de 25 avec la méthode optique.

9.12.5 **Stabilité au stockage**

9.12.5.1 **Stabilité à température élevée**

(Méthode à élaborer – Note 14.)

Note 1 En plus des caractéristiques décrites dans la clause, l'odeur et le goût peuvent également être des critères importants d'acceptabilité du produit lorsque le produit est destiné à être appliqué dans l'approvisionnement d'eau potable. Il n'y a pas de tests objectifs ou concordants pour déterminer l'acceptabilité de ces caractéristiques. Si l'odeur et le goût doivent être vérifiés, il est recommandé que, à cet effet, le produit soit dilué au taux le plus élevé d'utilisation.

Note 2 L'organisme unique axénique (« pur ») avec toutes les composantes biologiques pertinentes qui lui sont associées, par ex. les toxines, les parties cellulaires et les spores. La description doit inclure des informations sur toute modification génétique de la souche utilisée.

Note 3 En fonction des conditions de fabrication, les WG peuvent avoir différentes formes et granulométries. Pour décrire des formulations spécifiques, il est recommandé que des informations sur la forme (par ex. forme irrégulière, presque sphérique, cylindrique...) soient ajoutées et la granulométrie nominale indiquée.

Note 4 Des informations doivent être fournies sur la source et les caractéristiques d'identification du matériel de référence pouvant être obtenues auprès d'une institution reconnue au plan international.

Note 5 Détermination de l'activité biologique (toxicité) du *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* et des produits *B. sphaericus*.

Principes

L'activité biologique est testée en comparant la mortalité des larves de moustiques produite par le produit soumis à l'essai à la mortalité produite par la norme de référence correspondante. L'activité biologique est mesurée en Unités toxiques internationales (UTI) par mg de produit.

Actuellement il y a deux poudres de référence internationalement reconnues qui permettent de déterminer l'activité biologique à l'aide de titrages biologiques des préparations bactériennes sur les larves de moustiques, lorsqu'elles sont utilisées en conjonction avec les méthodes décrites ci-dessous.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* (Bti) est comparée à celle d'une poudre de référence lyophilisée (IPS82, souche 1884) de cette espèce bactérienne, en utilisant des larves de *Aedes aegypti* (souche Bora Bora) au début du quatrième stade. La toxicité de IPS82 a une toxicité attribuée arbitrairement de 15 000 UTI/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus sphaericus* (Bsph) est déterminée par rapport à une poudre de référence lyophilisée (SPH88, souche 2362) de cette espèce bactérienne en utilisant des larves de *Culex pipiens pipiens* (souche Montpellier) au début du quatrième stade. La toxicité de SPH88 a une toxicité attribuée arbitrairement de 1 700 ITU/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

La toxicité de toutes les préparations bactériennes basées sur les *Bti* ou *Bsph* peut être déterminée par rapport aux poudres étalons ci-dessus. La toxicité (UTI/mg) des produits testés est déterminée selon la formule suivante:

$$\text{titre (ITU/mg) du produit testé} = \frac{\text{titre standard (ITU/mg)} \times \text{CL}_{50} \text{ (mg/l) standard}}{\text{CL}_{50} \text{ (mg/l) inconnue "X"}}$$

L'utilisation de poudres larvicides bactériennes de référence alternatives et/ou de souches alternatives de moustiques dans ce test doit être abordée avec prudence car il est inévitable qu'il en sera obtenu des résultats différents. Ces alternatives doivent être soumises à un étalonnage croisé soigné par rapport aux poudres et/ou souches de référence identifiées ci-dessus. Dans l'idéal, cet étalonnage croisé doit être mené par un groupe de laboratoires experts indépendants. Les poudres/souches, et les données de l'étalonnage croisé qui les appuieront, doivent être mises à la disposition de quiconque souhaite utiliser, ou vérifier, le test avec les poudres/souches alternatives.

Méthode

Appareils et réactifs

homogénéisateur à entraînement supérieur ou agitateur

Bain de glace (conteneur de glace pilée).

Balance analytique (précise à ± 0.1 mg).

Balance à plateau supérieur (précise à ± 10 mg), de préférence avec fonction de tare.

Eau désionisée.

Agent de mouillage (par ex. Tween 80).

Verre borosilicaté ou béciers en plastiques de 200 ml.

Bouteille en verre transparent de 500 ml à large ouverture et bouchon à vis.

Bouteilles en verre transparent de 100 ml à bouchon à vis.

Micropipette.

Pipette de 10 ml.

Tubes en plastique de 12 ml avec bouchons ou capuchons.

Gobelets en plastique ou en papier ciré de 200 ml.

(i) Préparation des suspensions étalons de référence pour l'étalonnage du titrage biologique

Avant de préparer la suspension, vérifier que l'agitation/mélange du mélange agent mouillant/eau, décrit dans le paragraphe suivant, n'entraîne pas la formation de mousse. Si c'est le cas, diluer (par ex. 1:10) l'agent mouillant avant utilisation.

Peser avec précision environ 50 mg (à 0,1 mg près) de la poudre étalon de référence et la transférer dans un bécher de 200 ml avec 100 ml d'eau désionisée (elle peut être transférée directement dans la bouteille de 500 ml si l'ouverture est assez large pour accepter la tête de l'agitateur/mélangeur). Laisser le mélange reposer 30 mn et ajouter une petite goutte (environ 0,2 mg) d'agent mouillant. Placer le bécher dans le bain de glace et agiter ou mélanger le mélange pendant deux minutes. Vérifier visuellement la présence éventuelle de grosses particules restantes et reprendre l'agitation ou le mélange s'il y en a. Peser ou tarer la bouteille de 500 ml et y transférer la suspension/solution, rincer soigneusement et minutieusement le bécher et l'agitateur/mélangeur. Ajouter encore de l'eau désionisée pour parvenir à un poids du contenu de 500 g (500 ml), fermer la bouteille et secouer vigoureusement pour mélanger le contenu. Confirmer, par examen microscopique d'une petite aliquote, qu'il ne demeure aucun agrégat de spores et de cristaux. S'il y en a encore, le contenu doit de nouveau être agité/mélangé dans le bain de glace. Cette suspension/solution primaire contient 1 mg/10 ml et doit être secouée vigoureusement immédiatement avant d'enlever les aliquotes.

Transférer 10 ml d'aliquotes de la solution/suspension primaire dans des tubes propres de 12 ml qui sont bouché/fermés immédiatement. En transférant un certain nombre d'aliquotes, bouchonner et secouer la suspension/solution primaire à des intervalles n'excédant pas trois minutes car les spores et les cristaux se sédimentent rapidement dans l'eau. Les aliquotes peuvent être stockées pendant un mois à 4 °C et pendant deux ans dans un congélateur à -18 °C. Chacune contient 1 mg de poudre étalon.

Pour préparer une « solution mère », peser ou tarer une bouteille de 100 ml. Transférer une des aliquotes de 10 ml dans la bouteille de 100 ml, rincer soigneusement au moins deux fois avec de l'eau désionisée, et remplir jusqu'à un total de 100 g. Secouer le mélange vigoureusement (ou utiliser le mélangeur) pour produire une suspension homogène. Les aliquotes congelées doivent être homogénéisées soigneusement avant utilisation car les particules s'agglomèrent durant la congélation. La « solution mère » contient 10 mg/l.

À partir de la « solution mère », les dilutions suivantes sont préparées directement dans des gobelets en plastique remplis (en pesant) avec 150 ml d'eau désionisée. Dans chaque gobelet, 25 larves au début du stade L4 de *Aedes aegypti* ou de *Culex pipiens* (en fonction des espèces bactériennes à tester: *Aedes* pour *Bti* et larves de *Culex* pour *B. sphaericus*) sont ajoutées d'abord au moyen d'une pipette Pasteur, avant l'ajout des suspensions bactériennes. Le volume d'eau ajouté avec les larves est enlevé du gobelet (en pesant) et jeté, pour éviter de modifier le volume dans le gobelet. À l'aide de micropipettes, 600 µl, 450 µl, 300 µl, 150 µl, 120 µl et 75 µl de « solution mère » sont ajoutés dans des gobelets distincts et les solutions mélangées pour produire des concentrations finales de 0,04, 0,03, 0,02, 0,01, 0,008 et 0,005 mg/l, respectivement, de la poudre étalon de référence. Quatre gobelets identiques sont utilisés pour chaque concentration et un comme témoin, qui contient seulement 150 ml d'eau désionisée.

(ii) Préparation des suspensions du produit à tester

Pour le titrage biologique des préparations de produits secs (TK, WP, WG, WT) de toxicité inconnue, un homogénat initial est fait de la même manière que celle décrite pour la poudre étalon de référence ci-dessus sauf que les déterminations répétées doivent être faites sur des dilutions préparées en pesant des portions d'essai séparées du produit. Ce sont donc quatre suspensions/solutions primaires répétées qui doivent être préparées. Pour le dosage d'une formulation liquide (SC), après une bonne agitation, 100 mg sont pesés au lieu de 50 mg (la « solution mère » correspondant alors à 20 mg/l). Les gobelets et les larves sont préparés comme décrit ci-dessus et des dilutions comparables sont préparées en ce qui concerne la norme de référence.

Pour les produits à la toxicité inconnue, effectuer des titrages biologiques de détermination de la gamme, à l'aide d'une large gamme de concentrations du produit à

l'essai pour déterminer sa toxicité approximative. Les résultats sont ensuite utilisés pour déterminer une plage plus étroite de concentrations pour un titrage biologique plus précis.

(iii) Détermination de la toxicité

Aucune nourriture n'est ajoutée pour les larve de *Aedes*. Pour le titrage biologique des *Culex*, un extrait de levure finement moulue (1,5 mg) est ajouté à l'eau et mélangé pour produire une concentration de 10 mg/l. Tous les tests doivent être menés à 28 ± 2 °C, avec un cycle 12 heures de lumière/12 heures d'obscurité. Pour éviter les effets néfastes de l'évaporation de l'eau en cas de faible humidité, l'humidité relative doit être maintenue à $50 \pm 15\%$, si possible.

Chaque série de de titrages biologiques doit de préférence impliquer 6 concentrations x 4 répliques x 25 larves pour l'étalon de référence et l'inconnu et 100 larves pour le témoin. Le but est d'identifier une gamme de concentrations qui donnent une mortalité entre 5 et 95% (car 100 larves sont utilisées). Les données donnant 0 ou 100% de mortalité sont ignorées pour le calcul de la CL_{50} . Pour préparer une courbe dose-réponse valide, seules les concentrations donnant des valeurs entre 95% et 5% de mortalité doivent être utilisées. Au moins deux points de dilution doivent être supérieurs à la CL_{50} et deux inférieurs, pour garantir la validité de la valeur. La sensibilité de la colonie d'insectes peut exiger qu'une série de six dilutions légèrement différentes soit utilisée.

La mortalité est déterminée à 24 et 48 h en comptant le nombre de larves vivantes restantes. En cas de nymphose, les pupes doivent être enlevées et leur nombre exclu du calcul. Si plus de cinq pour cent des larves se nymphosent, le test est invalidé car les larves n'ingèrent rien avant la nymphaison et trop de larves ont survécu uniquement parce qu'elles étaient trop âgées. Du fait de l'action destructrice très rapide du *Bti*, il n'y a généralement pas de différence entre la mortalité à 24 heures et à 48 heures. Dans ce cas, le compte à 48 heures confirme la lecture à 24 heures et offre une vérification de l'influence possible de facteurs autres que les composantes du *Bti*. La mortalité est enregistrée à 48 h pour les préparations du *Bsph*, en raison de son taux d'action plus lent.

Si la mortalité du groupe témoin dépasse 5%, les mortalités des groupes traités doivent être traitées selon la formule d'Abbott [Abbott, W. S. (1925). Méthode pour calculer l'efficacité d'un insecticide. *Journal of Economic Entomology*, **18**, 265-267]:

$$\text{pourcentage (\%) témoin} = \frac{X - Y}{X \times 100}$$

où X = % de survie dans l'échantillon témoin,
Y = % de survie dans l'échantillon traité.

Les tests avec une mortalité de l'échantillon témoin supérieure à 10%, ou une nymphaison supérieure à 5%, doivent être écartés. Des lignes de régression mortalité-concentration peuvent être dessinées sur du papier gaussien-logarithmique mais c'est plutôt subjectif. Il est préférable d'utiliser un programme statistique, comme SAS, qui intègre une analyse Log Probit. Avec un tel programme statistique, la formule d'Abbott n'est pas nécessaire car la correction est effectuée automatiquement par le programme. La toxicité d'une préparation inconnue est déterminée par l'estimation et la comparaison des CL_{50} du produit testé et des préparations étalons de référence, à l'aide des formules décrites ci-dessus. La toxicité des préparations *Bti* est définie par le compte à 24 h après le début du test, tandis que la toxicité du *Bsph* est définie par le compte après 48 h d'exposition larvaire.

Pour une précision accrue, les titrages biologiques doivent être répétés sur au moins trois jours différents, en même temps que le titrage de l'étalon de référence, et l'écart type des moyennes être calculé. Une série de tests est valide si l'écart type relatif (ETR ou coefficient de variation, CV) est inférieur à 25 pour cent.

(iv) Production des larves des tests

Les larves L4 sont représentatives de la sensibilité totale de la population cible et pratiques à gérer. Il est très important d'utiliser une population homogène du début du quatrième stade, qui est obtenue dans les cinq jours suivant l'éclosion en utilisant les méthodes d'élevage normalisées.

Pour les *Aedes aegypti*, les œufs sont pondus dans un gobelet recouvert d'un papier filtre et rempli au tiers d'eau désionisée. Le papier est séché à température ambiante et conservé plusieurs mois en le stockant dans un sac plastique scellé à température ambiante. Lorsque des larves sont nécessaires, le papier est immergé dans de l'eau déchlorée. Pour synchroniser l'éclosion, ajouter l'alimentation des larves dans l'eau 24 heures avant d'ajouter les œufs. La croissance bactériologique va désoxygéner l'eau et déclencher l'éclosion des œufs. Cela pousse généralement le premier stade larvaire à éclore dans les 12 heures. Ces larves sont ensuite transférées dans un conteneur (25 x 25 cm de profondeur) contenant 2 litres d'eau déchlorée pour obtenir une population de 500 à 700 larves par conteneur. L'alimentation des larves peut consister en des flacons de protéines comme ceux utilisés pour les poissons d'aquarium, ou des biscuits pour chat en poudre, et les conteneurs sont conservés à 25 ± 2 °C. Il est important que la quantité d'aliments reste faible pour éviter une forte croissance bactérienne qui tue les larves. Plusieurs séances d'alimentation à un ou deux jours d'intervalle et une observation quotidienne est ce qu'il y a de mieux. Si l'eau devient trouble, remplacer toute l'eau en filtrant les larves et en les transférant dans un récipient propre avec de l'eau propre et de l'alimentation. Cinq à sept jours plus tard, on devrait obtenir une population homogène au début du quatrième stade larvaire (âgés de 5 jours et longs de 4 à 5 mm).

Pour les larves de *Culex pipiens pipiens*, il est plus difficile d'obtenir une population homogène du quatrième stade larvaire. Tout d'abord, un grand nombre de radeaux d'œufs doivent être pondus et collectés le même jour. Ils peuvent être stockés à 15-18 °C afin d'accumuler plus d'œufs pour l'éclosion. Les premiers stades larvaires sont fragiles et ne doivent donc pas être manipulés. Le développement vers le deuxième stade larvaire prend généralement 3 à 4 jours à 25 ± 2 °C après la ponte des œufs. Lorsqu'ils sont prêts, les deuxièmes stades larvaires sont regroupés dans un bac avec trois litres d'eau déchlorée de 4 à 6 cm de profondeur – 800 à 1 000 larves par bac. L'alimentation (extrait de levure et biscuits pour chiens ou chats) est fournie selon les besoins. Les quatrièmes stades larvaires précoces convenant aux tests sont généralement obtenus au bout de sept jours, même si parfois il faut huit ou neuf jours.

- Note 6** Les teneurs maximales acceptables de contaminants microbiens n'ont pas encore été déterminées.
- Note 7** Essai de toxicité sur les larves de mouches: Bond R. P. M., *et al.* The thermostable exotoxin of *Bacillus thuringiensis*. In: Burges H. D. and Hussey N. W., eds. Microbial control of insects and mites. Academic Press, London, 1971.
- Note 8** Aucun test n'est requis si le fabricant a montré que la souche de *Bacillus thuringiensis* n'est pas capable de produire de bêta exotoxine. Aucun test n'est requis pour les *Bacillus sphaericus*, car cette espèce n'est pas connue pour produire des exotoxines.
- Note 9** Généralement, la teneur en eau ne doit pas dépasser 5% afin d'empêcher la dégradation prématurée du produit.
- Note 10** À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées.
- Note 11** Le titrage biologique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du titrage biologique. En cas de litige, la méthode du titrage biologique sera la méthode d'arbitrage.
- Note 12** La méthode à utiliser doit être indiquée, que ce soit en tournoyant ou non. La formulation doit être complètement mouillée en moins de deux minutes pour une performance optimale.

Note 13 La mesure de la teneur en poussières doit être effectuée sur l'échantillon « tel que reçu » et, si possible, l'échantillon doit être prélevé d'un récipient récemment ouvert, en raison des changements dans la teneur en eau des échantillons qui peuvent influencer de manière significative la teneur en poussières. La méthode optique MT 171.1 indique généralement une bonne corrélation avec la méthode gravimétrique, et peut donc être utilisée comme une alternative lorsque l'équipement est disponible. Lorsque la corrélation n'est pas claire, elle doit être vérifiée avec la formulation à tester. En cas de litige, la méthode gravimétrique doit être utilisée.

Note 14 Les larvicides microbiens doivent être entreposés à des températures fraîches mais des tests accélérés de stabilité au stockage seraient extrêmement utiles pour des contrôles rapides de la stabilité au stockage des produits. Pour l'instant, il n'existe pas de méthode normalisée. En l'absence de test accéléré de la stabilité au stockage, il est recommandé que les normes minimales suivantes soient respectées:

- a) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés à 5 °C pendant 2 ans; et
- b) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés entre 20 et 25 °C pendant 1 an.

Ces tests de la stabilité au stockage doivent être effectués à l'aide d'échantillons de produits représentatifs et l'activité biologique doit être évaluée à l'aide des méthodes d'essai décrites dans la Note 4.

Les résultats du test de l'activité biologique peuvent varier jusqu'à $\pm 25\%$ de la moyenne et cela doit être pris en compte en déterminant la perte d'activité. Si les données des tests sur un et deux ans ne sont pas disponibles au moment de la rédaction d'une spécification, une estimation de la stabilité au stockage peut être acceptable, en attendant la fin des tests.

9.13 LARVICIDES BACTÉRIENS EN COMPRIMÉS DISPERSABLES DANS L'EAU (WT)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans fournir de justification. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [**Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie**] **COMPRIMÉS DISPERSABLES DANS**

[numéro CIPAC]/WT (mois & année de publication)

9.13.1 **Description** (Note 1)

Le produit se compose d'un mélange homogène de [*genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] (Note 2) conforme aux exigences de la spécification de l'OMS, ainsi que des charges et de tout autre agent de formulation nécessaire. Il doit être sous la forme de comprimés pour application après désintégration et dispersion dans l'eau. La formulation doit se présenter sous forme de comprimé sec, fluide et non-fractionné et exempte de toute matière étrangère visible. La formulation doit être sèche, fluide et exempte de toute matière étrangère visible. La formulation doit être en couleur.

9.13.2 **Principe actif** (Note 3)

9.13.2.1 **Identité**

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

9.13.2.2 **Teneur en principe actif (activité biologique)**

La teneur en [*genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] doit être déclarée en Unités Toxiques Internationales (UTI/mg produit), et une fois déterminée par la méthode décrite dans la Note 4, l'activité biologique moyenne ne doit pas être inférieure à 90 pour cent de la teneur minimale déclarée.

9.13.3 **Impuretés pertinentes et contaminants**

9.13.3.1 **Contaminants microbiens**

(Note 5)

9.13.3.2 **Impuretés chimiques**

Le produit doit être exempt de bêta-exotoxine lorsqu'il est soumis à l'essai de toxicité sur les larves de mouches (Notes 6 et 7) ou à une méthode CLHP équivalente.

9.13.3.3 **Eau** (Méthode d'essai WHO/M/7.R1 de l'OMS)

Maximum g/kg (Note 8)

9.13.4 **Propriétés physiques**

9.13.4.1 **Intervalle de pH** (CIPAC MT 75.3), le cas échéant

Intervalle de pH à

9.13.4.2 **Mousse persistante** (CIPAC MT 47.3) (Note 9)

Maximum: ml après une minute.

9.13.4.3 **Test du tamis humide** (CIPAC MT 185)

Maximum:% de la formulation doit être retenu sur un tamis d'essai de µm.

9.13.4.4 **Suspensibilité** (CIPAC MT 184) (Note 10)

Un minimum de ...% du produit doit être en suspension après 30 minutes dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C.

9.13.4.5 **Intégrité des comprimés** (observation visuelle uniquement)

Pas de comprimés fractionnés.

Degré maximal d'attrition:% (comprimés emballés en vrac).

Degré maximal d'attrition:% (comprimés étroitement comprimés).

9.13.4.6 **Désintégration des comprimés** (MT 197)

Maximum: mn pour la désintégration totale.

9.13.5 **Stabilité au stockage**

9.13.5.1 **Stabilité à température élevée**

(Méthode à élaborer – Note 11.)

Note 1 En plus des caractéristiques décrites dans la clause, l'odeur et le goût peuvent également être des critères importants d'acceptabilité du produit lorsque le produit est destiné à être appliqué dans l'approvisionnement d'eau potable. Il n'y a pas de tests objectifs ou concordants pour déterminer l'acceptabilité de ces caractéristiques. Si l'odeur et le goût doivent être vérifiés, il est recommandé que, à cet effet, le produit soit dilué au taux le plus élevé d'utilisation.

Note 2 L'organisme unique axénique (« pur ») avec toutes les composantes biologiques pertinentes qui lui sont associées, par ex. les toxines, les parties cellulaires et les spores. La description doit inclure des informations sur toute modification génétique de la souche utilisée.

Note 3 Des informations doivent être fournies sur la source et les caractéristiques d'identification du matériel de référence pouvant être obtenues auprès d'une institution reconnue au plan international.

Note 4 Détermination de l'activité biologique (toxicité) du *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* et des produits *B. sphaericus*.

Principes

L'activité biologique est testée en comparant la mortalité des larves de moustiques produite par le produit soumis à l'essai à la mortalité produite par la norme de référence correspondante. L'activité biologique est mesurée en Unités toxiques internationales (UTI) par mg de produit. Actuellement il y a deux poudres de référence internationalement reconnues qui permettent de déterminer l'activité biologique à l'aide de titrages biologiques des préparations bactériennes sur les larves de moustiques, lorsqu'elles sont utilisées en conjonction avec les méthodes décrites ci-dessous.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* (*Bti*) est comparée à celle d'une poudre de référence lyophilisée (IPS82, souche 1884) de cette espèce bactérienne, en utilisant des larves de *Aedes aegypti* (souche Bora Bora) au début du quatrième stade. La toxicité de IPS82 a une toxicité attribuée arbitrairement de 15 000 UTI/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus sphaericus* (*Bsph*) est déterminée par rapport à une poudre de référence lyophilisée (SPH88, souche 2362) de cette espèce bactérienne en utilisant des larves de *Culex pipiens pipiens* (souche Montpellier) au début du quatrième stade. La toxicité de SPH88 a une toxicité attribuée arbitrairement de 1 700 ITU/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

La toxicité de toutes les préparations bactériennes basées sur les *Bti* ou *Bsph* peut être déterminée par rapport aux poudres étalons ci-dessus. La toxicité (UTI/mg) des produits testés est déterminée selon la formule suivante:

$$\text{titre (ITU/mg) du produit testé} = \frac{\text{titre standard (ITU/mg)} \times \text{CL}_{50} \text{ (mg/l) standard}}{\text{CL}_{50} \text{ (mg/l) inconnue "X"}}$$

L'utilisation de poudres larvicides bactériennes de référence alternatives et/ou de souches alternatives de moustiques dans ce test doit être abordée avec prudence car il est inévitable qu'il en sera obtenu des résultats différents. Ces alternatives doivent être soumises à un étalonnage croisé soigné par rapport aux poudres et/ou souches de référence identifiées ci-dessus. Dans l'idéal, cet étalonnage croisé doit être mené par un groupe de laboratoires experts indépendants. Les poudres/souches, et les données de l'étalonnage croisé qui les appuieront, doivent être mises à la disposition de quiconque souhaite utiliser, ou vérifier, le test avec les poudres/souches alternatives.

Méthode

Appareils et réactifs

homogénéisateur à entraînement supérieur ou agitateur

Bain de glace (conteneur de glace pilée).

Balance analytique (précise à $\pm 0,1$ mg).

Balance à plateau supérieur (précise à ± 10 mg), de préférence avec fonction de tare.

Eau désionisée.

Agent de mouillage (par ex. Tween 80).

Verre borosilicaté ou béchers en plastiques de 200 ml.

Bouteille en verre transparent de 500 ml à large ouverture et bouchon à vis.

Bouteilles en verre transparent de 100 ml à bouchon à vis.

Micropipette.

Pipette de 10 ml.

Tubes en plastique de 12 ml avec bouchons ou capuchons.

Gobelets en plastique ou en papier ciré de 200 ml.

(i) Préparation des suspensions étalons de référence pour l'étalonnage du titrage biologique

Avant de préparer la suspension, vérifier que l'agitation/mélange du mélange agent mouillant/eau, décrit dans le paragraphe suivant, n'entraîne pas la formation de mousse. Si c'est le cas, diluer (par ex. 1:10) l'agent mouillant avant utilisation.

Peser avec précision environ 50 mg (à 0,1 mg près) de la poudre étalon de référence et la transférer dans un bécher de 200 ml avec 100 ml d'eau désionisée (elle peut être transférée directement dans la bouteille de 500 ml si l'ouverture est assez large pour accepter la tête de l'agitateur/mélangeur). Laisser le mélange reposer 30 mn et ajouter une petite goutte (environ 0,2 mg) d'agent mouillant. Placer le bécher dans le

bain de glace et agiter ou mélanger le mélange pendant deux minutes. Vérifier visuellement la présence éventuelle de grosses particules restantes et reprendre l'agitation ou le mélange s'il y en a. Peser ou tarer la bouteille de 500 ml et y transférer la suspension/solution, rincer soigneusement et minutieusement le bécher et l'agitateur/mélangeur. Ajouter encore de l'eau désionisée pour parvenir à un poids du contenu de 500 g (500 ml), fermer la bouteille et secouer vigoureusement pour mélanger le contenu. Confirmer, par examen microscopique d'une petite aliquote, qu'il ne demeure aucun agrégat de spores et de cristaux. S'il y en a encore, le contenu doit de nouveau être agité/mélangé dans le bain de glace. Cette suspension/solution primaire contient 1 mg/10 ml et doit être secouée vigoureusement immédiatement avant d'enlever les aliquotes.

Transférer 10 ml d'aliquotes de la solution/suspension primaire dans des tubes propres de 12 ml qui sont bouché/fermés immédiatement. En transférant un certain nombre d'aliquotes, bouchonner et secouer la suspension/solution primaire à des intervalles n'excédant pas trois minutes car les spores et les cristaux se sédimentent rapidement dans l'eau. Les aliquotes peuvent être stockées pendant un mois à 4 °C et pendant deux ans dans un congélateur à -18 °C. Chacune contient 1 mg de poudre étalon.

Pour préparer une « solution mère », peser ou tarer une bouteille de 100 ml. Transférer une des aliquotes de 10 ml dans la bouteille de 100 ml, rincer soigneusement au moins deux fois avec de l'eau désionisée, et remplir jusqu'à un total de 100 g. Secouer le mélange vigoureusement (ou utiliser le mélangeur) pour produire une suspension homogène. Les aliquotes congelées doivent être homogénéisées soigneusement avant utilisation car les particules s'agglomèrent durant la congélation. La « solution mère » contient 10 mg/l.

À partir de la « solution mère », les dilutions suivantes sont préparées directement dans des gobelets en plastique remplis (en pesant) avec 150 ml d'eau désionisée. Dans chaque gobelet, 25 larves au début du stade L4 de *Aedes aegypti* ou de *Culex pipiens* (en fonction des espèces bactériennes à tester: *Aedes* pour *Bti* et larves de *Culex* pour *B. sphaericus*) sont ajoutées d'abord au moyen d'une pipette Pasteur, avant l'ajout des suspensions bactériennes. Le volume d'eau ajouté avec les larves est enlevé du gobelet (en pesant) et jeté, pour éviter de modifier le volume dans le gobelet. À l'aide de micropipettes, 600 µl, 450 µl, 300 µl, 150 µl, 120 µl et 75 µl de « solution mère » sont ajoutés dans des gobelets distincts et les solutions mélangées pour produire des concentrations finales de 0,04, 0,03, 0,02, 0,01, 0,008 et 0,005 mg/l, respectivement, de la poudre étalon de référence. Quatre gobelets identiques sont utilisés pour chaque concentration et un comme témoin, qui contient seulement 150 ml d'eau désionisée.

(ii) Préparation des suspensions du produit à tester

Pour le titrage biologique des préparations de produits secs (TK, WP, WG, WT) de toxicité inconnue, un homogénat initial est fait de la même manière que celle décrite pour la poudre étalon de référence ci-dessus sauf que les déterminations répétées doivent être faites sur des dilutions préparées en pesant des portions d'essai séparées du produit. Ce sont donc quatre suspensions/solutions primaires répétées qui doivent être préparées. Pour le dosage d'une formulation liquide (SC), après une bonne agitation, 100 mg sont pesés au lieu de 50 mg (la « solution mère » correspondant alors à 20 mg/l). Les gobelets et les larves sont préparés comme décrit ci-dessus et des dilutions comparables sont préparées en ce qui concerne la norme de référence.

Pour les produits à la toxicité inconnue, effectuer des titrages biologiques de détermination de la gamme, à l'aide d'une large gamme de concentrations du produit à l'essai pour déterminer sa toxicité approximative. Les résultats sont ensuite utilisés pour déterminer une plage plus étroite de concentrations pour un titrage biologique plus précis.

(iii) Détermination de la toxicité

Aucune nourriture n'est ajoutée pour les larves de *Aedes*. Pour le titrage biologique des *Culex*, un extrait de levure finement moulue (1,5 mg) est ajouté à l'eau et mélangé pour produire une concentration de 10 mg/l. Tous les tests doivent être menés à 28 ± 2 °C, avec un cycle de 12 heures de lumière/12 heures d'obscurité. Pour éviter les effets

néfastes de l'évaporation de l'eau en cas de faible humidité, l'humidité relative doit être maintenue à $50 \pm 15\%$, si possible.

Chaque série de de titrages biologiques doit de préférence impliquer 6 concentrations x 4 répliques x 25 larves pour l'étalon de référence et l'inconnu et 100 larves pour le témoin. Le but est d'identifier une gamme de concentrations qui donnent une mortalité entre 5 et 95% (car 100 larves sont utilisées). Les données donnant 0 ou 100% de mortalité sont ignorées pour le calcul de la CL_{50} . Pour préparer une courbe dose-réponse valide, seules les concentrations donnant des valeurs entre 95% et 5% de mortalité doivent être utilisées. Au moins deux points de dilution doivent être supérieurs à la CL_{50} et deux inférieurs, pour garantir la validité de la valeur. La sensibilité de la colonie d'insectes peut exiger qu'une série de six dilutions légèrement différentes soit utilisée.

La mortalité est déterminée à 24 et 48 h en comptant le nombre de larves vivantes restantes. En cas de nymphose, les pupes doivent être enlevées et leur nombre exclu du calcul. Si plus de cinq pour cent des larves se nymphosent, le test est invalidé car les larves n'ingèrent rien avant la nymphaison et trop de larves ont survécu uniquement parce qu'elles étaient trop âgées. Du fait de l'action destructrice très rapide du *Bti*, il n'y a généralement pas de différence entre la mortalité à 24 heures et à 48 heures. Dans ce cas, le compte à 48 heures confirme la lecture à 24 heures et offre une vérification de l'influence possible de facteurs autres que les composantes du *Bti*. La mortalité est enregistrée à 48 h pour les préparations du *Bsph*, en raison de son taux d'action plus lent.

Si la mortalité du groupe témoin dépasse 5%, les mortalités des groupes traités doivent être traitées selon la formule d'Abbott [Abbott, W. S. (1925). Méthode pour calculer l'efficacité d'un insecticide. *Journal of Economic Entomology*, **18**, 265-267]:

$$\text{pourcentage (\%) témoin} = \frac{X - Y}{X \times 100}$$

où X = % de survie dans l'échantillon témoin,
Y = % de survie dans l'échantillon traité.

Les tests avec une mortalité de l'échantillon témoin supérieure à 10%, ou une nymphaison supérieure à 5%, doivent être écartés. Des lignes de régression mortalité-concentration peuvent être dessinées sur du papier gaussien-logarithmique mais c'est plutôt subjectif. Il est préférable d'utiliser un programme statistique, comme SAS, qui intègre une analyse Log Probit. Avec un tel programme statistique, la formule d'Abbott n'est pas nécessaire car la correction est effectuée automatiquement par le programme. La toxicité d'une préparation inconnue est déterminée par l'estimation et la comparaison des CL_{50} du produit testé et des préparations étalons de référence, à l'aide des formules décrites ci-dessus. La toxicité des préparations *Bti* est définie par le compte à 24 h après le début du test, tandis que la toxicité du *Bsph* est définie par le compte après 48 h d'exposition larvaire.

Pour une précision accrue, les titrages biologiques doivent être répétés sur au moins trois jours différents, en même temps que le titrage de l'étalon de référence, et l'écart type des moyennes être calculé. Une série de tests est valide si l'écart type relatif (ETR ou coefficient de variation, CV) est inférieur à 25 pour cent.

(iv) Production des larves des tests

Les larves L4 sont représentatives de la sensibilité totale de la population cible et pratiques à gérer. Il est très important d'utiliser une population homogène du début du quatrième stade, qui est obtenue dans les cinq jours suivant l'éclosion en utilisant les méthodes d'élevage normalisées.

Pour les *Aedes aegypti*, les œufs sont pondus dans un gobelet recouvert d'un papier filtre et rempli au tiers d'eau désionisée. Le papier est séché à température ambiante et conservé plusieurs mois en le stockant dans un sac plastique scellé à température ambiante. Lorsque des larves sont nécessaires, le papier est immergé dans de l'eau déchlorée. Pour synchroniser l'éclosion, ajouter l'alimentation des larves dans l'eau 24 heures avant d'ajouter les œufs. La croissance bactériologique va désoxygéner l'eau et déclencher l'éclosion des œufs. Cela pousse généralement le premier stade

larvaire à éclore dans les 12 heures. Ces larves sont ensuite transférées dans un conteneur (25 x 25 cm de profondeur) contenant 2 litres d'eau déchlorée pour obtenir une population de 500 à 700 larves par conteneur. L'alimentation des larves peut consister en des flacons de protéines comme ceux utilisés pour les poissons d'aquarium, ou des biscuits pour chat en poudre, et les conteneurs sont conservés à $25 \pm 2^\circ \text{C}$. Il est important que la quantité d'aliments reste faible pour éviter une forte croissance bactérienne qui tue les larves. Plusieurs séances d'alimentation à un ou deux jours d'intervalle et une observation quotidienne est ce qu'il y a de mieux. Si l'eau devient trouble, remplacer toute l'eau en filtrant les larves et en les transférant dans un récipient propre avec de l'eau propre et de l'alimentation. Cinq à sept jours plus tard, on devrait obtenir une population homogène au début du quatrième stade larvaire (âgés de 5 jours et longs de 4 à 5 mm).

Pour les larves de *Culex pipiens pipiens*, il est plus difficile d'obtenir une population homogène du quatrième stade larvaire. Tout d'abord, un grand nombre de radeaux d'œufs doivent être pondus et collectés le même jour. Ils peuvent être stockés à $15\text{--}18^\circ \text{C}$ afin d'accumuler plus d'œufs pour l'éclosion. Les premiers stades larvaires sont fragiles et ne doivent donc pas être manipulés. Le développement vers le deuxième stade larvaire prend généralement 3 à 4 jours à $25 \pm 2^\circ \text{C}$ après la ponte des œufs. Lorsqu'ils sont prêts, les deuxièmes stades larvaires sont regroupés dans un bac avec trois litres d'eau déchlorée de 4 à 6 cm de profondeur – 800 à 1 000 larves par bac. L'alimentation (extrait de levure et biscuits pour chiens ou chats) est fournie selon les besoins. Les quatrième stades larvaires précoces convenant aux tests sont généralement obtenus au bout de sept jours, même si parfois il faut huit ou neuf jours.

Note 5 Les teneurs maximales acceptables de contaminants microbiens n'ont pas encore été déterminées.

Note 6 Essai de toxicité sur les larves de mouches: Bond R. P. M., *et al.* The thermostable exotoxin of *Bacillus thuringiensis*. In: Burges H. D. et Hussey N. W., eds. Microbial control of insects and mites. Academic Press, London, 1971.

Note 7 Aucun test n'est requis si le fabricant a montré que la souche de *Bacillus thuringiensis* n'est pas capable de produire de bêta exotoxine. Aucun test n'est requis pour les *Bacillus sphaericus*, car cette espèce n'est pas connue pour produire des exotoxines.

Note 8 Généralement, la teneur en eau ne doit pas dépasser 5% afin d'empêcher la dégradation prématurée du produit.

Note 9 La masse de l'échantillon à utiliser dans le test doit correspondre à la concentration d'application maximale recommandée par le fournisseur.

Note 10 Le titrage biologique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du titrage biologique. En cas de litige, la méthode du titrage biologique sera la méthode d'arbitrage.

Note 11 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées.

Note 12 Les larvicides microbiens doivent être entreposés à des températures fraîches mais des tests accélérés de stabilité au stockage seraient extrêmement utiles pour des contrôles rapides de la stabilité au stockage des produits. Pour l'instant, il n'existe pas de méthode normalisée. En l'absence de test accéléré de la stabilité au stockage, il est recommandé que les normes minimales suivantes soient respectées:

- a) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés à 5°C pendant 2 ans; et
- b) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés entre 20 et 25°C pendant 1 an.

Ces tests de la stabilité au stockage doivent être effectués à l'aide d'échantillons de produits représentatifs et l'activité biologique doit être évaluée à l'aide des méthodes d'essai décrites dans la Note 4.

Les résultats du test de l'activité biologique peuvent varier jusqu'à $\pm 25\%$ de la moyenne et cela doit être pris en compte en déterminant la perte d'activité. Si les données des tests sur un et deux ans ne sont pas disponibles au moment de la rédaction d'une spécification, une estimation de la stabilité au stockage peut être acceptable, en attendant la fin des tests.

9.21 Larvicides bactériens en concentré fluidifiable (SC)

9.21 LARVICIDES BACTÉRIENS EN CONCENTRÉ FLUIDIFIABLE (SC)

Note pour la préparation des projets de spécifications. Ne pas omettre de clauses ou insérer des clauses supplémentaires, ni insérer de limites qui soient plus permissives que celles données dans les lignes directrices, sans fournir de justification. À partir des « Notes » fournies à la fin de ces lignes directrices, intégrer seulement celles qui sont applicables à la spécification particulière.

..... [*Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] **CONCENTRÉ FLUIDIFIABLE**

[numéro CIPAC]/SC (mois & année de publication)

9.21.1 *Description* (Note 1)

Le produit se compose d'une suspension de fines particules de [*Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*, Note 2] technique, conforme aux exigences de la spécification de l'OMS, dans une phase aqueuse conjointement avec des agents de formulation appropriés. La formulation doit être en couleur. Après agitation, Le produit doit être homogène (Note 3) et convenir pour une dilution ultérieure dans l'eau.

9.21.2 *Principe actif* (Note 4)

9.21.2.1 **Identité**

Le principe actif doit répondre à un test d'identité et, lorsqu'il demeure un doute sur l'identité, il doit répondre à au moins un test supplémentaire.

9.21.2.2 **Teneur en principe actif (activité biologique)**

La teneur en [*Genre, espèce, sous-espèce et souche de la bactérie*] doit être déclarée en Unités Toxiques Internationales (UTI/mg produit), et une fois déterminée par la méthode décrite dans la Note 5, l'activité biologique moyenne ne doit pas être inférieure à 90 pour cent de la teneur minimale déclarée.

9.21.3 *Impuretés pertinentes et contaminants*

9.21.3.1 **Contaminants microbiens**

(Note 6).

9.21.3.2 **Impuretés chimiques**

Le produit doit être exempt de bêta-exotoxine lorsqu'il est soumis à l'essai de toxicité sur les larves de mouches (Notes 7 et 8) ou à une méthode CLHP équivalente.

9.21 Larvicides bactériens en concentré fluidifiable (SC)

9.21.4 Propriétés physiques

9.21.4.1 Intervalle de pH (CIPAC MT 75.3), le cas échéant

Intervalle de pH à

9.21.4.2 Mousse persistante (CIPAC MT 47.3)

Maximum: ml après une minute.

9.21.4.3 Test du tamis humide (CIPAC MT 185)

Maximum:% de la formulation doit être retenu sur un tamis d'essai de μm .

9.21.4.4 Spontanéité de la dispersion (CIPAC MT 160)

Un minimum de% du produit doit être en suspension après 5 minutes dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 9).

9.21.4.5 Suspensibilité (CIPAC MT 184) (Note 10)

Un minimum de% du produit doit être en suspension après 30 mn dans de l'eau-étalon D CIPAC à 30 ± 2 °C (Note 9).

9.21.4.6 Faculté d'écoulement (CIPAC MT 148.1)

« Résidu » maximum: %.

9.21.5 Stabilité au stockage

9.21.5.1 Stabilité à température élevée

(Méthode à élaborer – Note 11.)

Note 1 En plus des caractéristiques décrites dans la clause, l'odeur et le goût peuvent également être des critères importants d'acceptabilité du produit lorsque le produit est destiné à être appliqué dans l'approvisionnement d'eau potable. Il n'y a pas de tests objectifs ou concordants pour déterminer l'acceptabilité de ces caractéristiques. Si l'odeur et le goût doivent être vérifiés, il est recommandé que, à cet effet, le produit soit dilué au taux le plus élevé d'utilisation.

Note 2 L'organisme unique axénique (« pur ») avec toutes les composantes biologiques pertinentes qui lui sont associées, par ex. les toxines, les parties cellulaires et les spores. La description doit inclure des informations sur toute modification génétique de la souche utilisée.

Note 3 Veuillez, préalablement à l'échantillonnage, afin d'assurer la qualité de la formulation, le conteneur commercial doit être inspecté avec soin. Au repos, les concentrés fluidifiables développent généralement un gradient de concentration du haut en bas du conteneur. Cela peut même entraîner l'apparition d'un liquide clair sur le dessus et/ou d'un sédiment au fond. Par conséquent, avant l'échantillonnage, la formulation doit être homogénéisée conformément aux instructions données par le fabricant ou, en l'absence de ces instructions, en secouant le récipient commercial (par exemple en renversant plusieurs fois le récipient). Les grands conteneurs peuvent être ouverts et remués de manière adéquate. Après cette procédure, le récipient ne doit pas contenir de couche collante de matière non dispersée au fond. Une méthode simple et appropriée pour vérifier la présence d'une couche adhésive non dispersée (« tourteau ») consiste à sonder avec une baguette en verre ou tout autre appareil similaire adapté à la taille et la forme du conteneur. Tous les essais physiques et chimiques doivent être effectués sur un échantillon prélevé après la procédure d'homogénéisation recommandée.

Note 4 Des informations doivent être fournies sur la source et les caractéristiques d'identification du matériel de référence pouvant être obtenues auprès d'une institution reconnue au plan international.

Note 5 Détermination de l'activité biologique (toxicité) du *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* et des produits *B. sphaericus*.

Principes

L'activité biologique est testée en comparant la mortalité des larves de moustiques produite par le produit soumis à l'essai à la mortalité produite par l'étalon de référence correspondante. L'activité biologique est mesurée en Unités toxiques internationales (UTI) par mg de produit.

Actuellement il y a deux poudres de référence internationalement reconnues qui permettent de déterminer l'activité biologique à l'aide de titrages biologiques des préparations bactériennes sur les larves de moustiques, lorsqu'elles sont utilisées en conjonction avec les méthodes décrites ci-dessous.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus thuringiensis* sous-esp. *israelensis* (*Bti*) est comparée à celle d'une poudre de référence lyophilisée (IPS82, souche 1884) de cette espèce bactérienne, en utilisant des larves de *Aedes aegypti* (souche Bora Bora) au début du quatrième stade. La toxicité de IPS82 a une toxicité attribuée arbitrairement de 15 000 UTI/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

L'activité biologique des produits basés sur le *Bacillus sphaericus* (*Bsph*) est déterminée par rapport à une poudre de référence lyophilisée (SPH88, souche 2362) de cette espèce bactérienne en utilisant des larves de *Culex pipiens pipiens* (souche Montpellier) au début du quatrième stade. La toxicité de SPH88 a une toxicité attribuée arbitrairement de 1 700 ITU/mg de poudre contre cette souche d'insectes.

La toxicité de toutes les préparations bactériennes basées sur les *Bti* ou *Bsph* peut être déterminée par rapport aux poudres étalons ci-dessus. La toxicité (UTI/mg) des produits testés est déterminée selon la formule suivante:

$$\text{titre (ITU/mg) du produit testé} = \frac{\text{titre standard (ITU/mg)} \times \text{CL}_{50} \text{ (mg/l) standard}}{\text{CL}_{50} \text{ (mg/l) inconnue "X"}}$$

L'utilisation de poudres larvicides bactériennes de référence alternatives et/ou de souches alternatives de moustiques dans ce test doit être abordée avec prudence car il est inévitable qu'il en sera obtenu des résultats différents. Ces alternatives doivent être soumises à un étalonnage croisé soigné par rapport aux poudres et/ou souches de référence identifiées ci-dessus. Dans l'idéal, cet étalonnage croisé doit être mené par un groupe de laboratoires experts indépendants. Les poudres/souches, et les données de l'étalonnage croisé qui les appuieront, doivent être mises à la disposition de quiconque souhaite utiliser, ou vérifier, le test avec les poudres/souches alternatives.

Méthode

Appareils et réactifs

homogénéisateur à entraînement supérieur ou agitateur

Bain de glace (conteneur de glace pilée).

Balance analytique (précise à ± 0.1 mg).

Balance à plateau supérieur (précise à ± 10 mg), de préférence avec fonction de tare.

Eau désionisée.

Agent de mouillage (par ex. Tween 80).

Verre borosilicaté ou bécchers en plastiques de 200 ml.

Bouteille en verre transparent de 500 ml à large ouverture et bouchon à vis.

Bouteilles en verre transparent de 100 ml à bouchon à vis.

Micropipette.

Pipette de 10 ml.

Tubes en plastique de 12 ml avec bouchons ou capuchons.

Gobelets en plastique ou en papier ciré de 200 ml.

(i) Préparation des suspensions étalons de référence pour l'étalonnage du titrage biologique

Avant de préparer la suspension, vérifier que l'agitation/mélange du mélange agent mouillant/eau, décrit dans le paragraphe suivant, n'entraîne pas la formation de mousse. Si c'est le cas, diluer (par ex. 1:10) l'agent mouillant avant utilisation.

Peser avec précision environ 50 mg (à 0,1 mg près) de la poudre étalon de référence et la transférer dans un bécher de 200 ml avec 100 ml d'eau désionisée (elle peut être transférée directement dans la bouteille de 500 ml si l'ouverture est assez large pour accepter la tête de l'agitateur/mélangeur). Laisser le mélange reposer 30 mn et ajouter une petite goutte (environ 0,2 mg) d'agent mouillant. Placer le bécher dans le bain de glace et agiter ou mélanger le mélange pendant deux minutes. Vérifier visuellement la présence éventuelle de grosses particules restantes et reprendre l'agitation ou le mélange s'il y en a. Peser ou tarer la bouteille de 500 ml et y transférer la suspension/solution, rincer soigneusement et minutieusement le bécher et l'agitateur/mélangeur. Ajouter encore de l'eau désionisée pour parvenir à un poids du contenu de 500 g (500 ml), fermer la bouteille et secouer vigoureusement pour mélanger le contenu. Confirmer, par examen microscopique d'une petite aliquote, qu'il ne demeure aucun agrégat de spores et de cristaux. S'il y en a encore, le contenu doit de nouveau être agité/mélangé dans le bain de glace. Cette suspension/solution primaire contient 1 mg/10 ml et doit être secouée vigoureusement immédiatement avant d'enlever les aliquotes.

Transférer 10 ml d'aliquotes de la solution/suspension primaire dans des tubes propres de 12 ml qui sont bouché/fermés immédiatement. En transférant un certain nombre d'aliquotes, bouchonner et secouer la suspension/solution primaire à des intervalles n'excédant pas trois minutes car les spores et les cristaux se sédimentent rapidement dans l'eau. Les aliquotes peuvent être stockées pendant un mois à 4 °C et pendant deux ans dans un congélateur à -18 °C. Chacune contient 1 mg de poudre étalon.

Pour préparer une « solution mère », peser ou tarer une bouteille de 100 ml. Transférer une des aliquotes de 10 ml dans la bouteille de 100 ml, rincer soigneusement au moins deux fois avec de l'eau désionisée, et remplir jusqu'à un total de 100 g. Secouer le mélange vigoureusement (ou utiliser le mélangeur) pour produire une suspension homogène. Les aliquotes congelées doivent être homogénéisées soigneusement avant utilisation car les particules s'agglomèrent durant la congélation. La « solution mère » contient 10 mg/l.

À partir de la « solution mère », les dilutions suivantes sont préparées directement dans des gobelets en plastique remplis (en pesant) avec 150 ml d'eau désionisée. Dans chaque gobelet, 25 larves au début du stade L4 de *Aedes aegypti* ou de *Culex pipiens* (en fonction des espèces bactériennes à tester: *Aedes* pour *Bti* et larves de *Culex* pour *B. sphaericus*) sont ajoutées d'abord au moyen d'une pipette Pasteur, avant l'ajout des suspensions bactériennes. Le volume d'eau ajouté avec les larves est enlevé du gobelet (en pesant) et jeté, pour éviter de modifier le volume dans le gobelet. À l'aide de micropipettes, 600 µl, 450 µl, 300 µl, 150 µl, 120 µl et 75 µl de « solution mère » sont ajoutés dans des gobelets distincts et les solutions mélangées pour produire des concentrations finales de 0,04, 0,03, 0,02, 0,01, 0,008 et 0,005 mg/l, respectivement, de la poudre étalon de référence. Quatre gobelets identiques sont utilisés pour chaque concentration et un comme témoin, qui contient seulement 150 ml d'eau désionisée.

(ii) Préparation des suspensions du produit à tester

Pour le titrage biologique des préparations de produits secs (TK, WP, WG, WT) de toxicité inconnue, un homogénat initial est fait de la même manière que celle décrite pour la poudre étalon de référence ci-dessus sauf que les déterminations répétées doivent être faites sur des dilutions préparées en pesant des portions d'essai séparées du produit. Ce sont donc quatre suspensions/solutions primaires répétées qui doivent être préparées. Pour le dosage d'une formulation liquide (SC), après une bonne agitation, 100 mg sont pesés au lieu de 50 mg (la « solution mère » correspondant alors à 20 mg/l). Les gobelets et les larves sont préparés comme décrit ci-dessus et des dilutions comparables sont préparées en ce qui concerne la norme de référence.

Pour les produits à la toxicité inconnue, effectuer des titrages biologiques de détermination de la gamme, à l'aide d'une large gamme de concentrations du produit à l'essai pour déterminer sa toxicité approximative. Les résultats sont ensuite utilisés pour

déterminer une plage plus étroite de concentrations pour un titrage biologique plus précis.

(iii) Détermination de la toxicité

Aucune nourriture n'est ajoutée pour les larve de *Aedes*. Pour le titrage biologique des *Culex*, un extrait de levure finement moulue (1,5 mg) est ajouté à l'eau et mélangé pour produire une concentration de 10 mg/l. Tous les tests doivent être menés à 28 ± 2 °C, avec un cycle 12 heures de lumière/12 heures d'obscurité. Pour éviter les effets néfastes de l'évaporation de l'eau en cas de faible humidité, l'humidité relative doit être maintenue à $50 \pm 15\%$, si possible.

Chaque série de de titrages biologiques doit de préférence impliquer 6 concentrations x 4 répliques x 25 larves pour l'étalon de référence et l'inconnu et 100 larves pour le témoin. Le but est d'identifier une gamme de concentrations qui donnent une mortalité entre 5 et 95% (car 100 larves sont utilisées). Les données donnant 0 ou 100% de mortalité sont ignorées pour le calcul de la CL_{50} . Pour préparer une courbe dose-réponse valide, seules les concentrations donnant des valeurs entre 95% et 5% de mortalité doivent être utilisées. Au moins deux points de dilution doivent être supérieurs à la CL_{50} et deux inférieurs, pour garantir la validité de la valeur. La sensibilité de la colonie d'insectes peut exiger qu'une série de six dilutions légèrement différentes soit utilisée.

La mortalité est déterminée à 24 et 48 h en comptant le nombre de larves vivantes restantes. En cas de nymphose, les pupes doivent être enlevées et leur nombre exclu du calcul. Si plus de cinq pour cent des larves se nymphosent, le test est invalidé car les larves n'ingèrent rien avant la nymphaison et trop de larves ont survécu uniquement parce qu'elles étaient trop âgées. Du fait de l'action destructrice très rapide du *Bti*, il n'y a généralement pas de différence entre la mortalité à 24 heures et à 48 heures. Dans ce cas, le compte à 48 heures confirme la lecture à 24 heures et offre une vérification de l'influence possible de facteurs autres que les composantes du *Bti*. La mortalité est enregistrée à 48 h pour les préparations du *Bsph*, en raison de son taux d'action plus lent.

Si la mortalité du groupe témoin dépasse 5%, les mortalités des groupes traités doivent être traitées selon la formule d'Abbott [Abbott, W. S. (1925). Méthode pour calculer l'efficacité d'un insecticide. *Journal of Economic Entomology*, **18**, 265-267]:

$$\text{pourcentage (\%) témoin} = \frac{X - Y}{X \times 100}$$

où X = % de survie dans l'échantillon témoin,
Y = % de survie dans l'échantillon traité.

Les tests avec une mortalité de l'échantillon témoin supérieure à 10%, ou une nymphaison supérieure à 5%, doivent être écartés. Des lignes de régression mortalité-concentration peuvent être dessinées sur du papier gaussien-logarithmique mais c'est plutôt subjectif. Il est préférable d'utiliser un programme statistique, comme SAS, qui intègre une analyse Log Probit. Avec un tel programme statistique, la formule d'Abbott n'est pas nécessaire car la correction est effectuée automatiquement par le programme. La toxicité d'une préparation inconnue est déterminée par l'estimation et la comparaison des CL_{50} du produit testé et des préparations étalons de référence, à l'aide des formules décrites ci-dessus. La toxicité des préparations *Bti* est définie par le compte à 24 h après le début du test, tandis que la toxicité du *Bsph* est définie par le compte après 48 h d'exposition larvaire.

Pour une précision accrue, les titrages biologiques doivent être répétés sur au moins trois jours différents, en même temps que le titrage de l'étalon de référence, et l'écart type des moyennes être calculé. Une série de tests est valide si l'écart type relatif (ETR ou coefficient de variation, CV) est inférieur à 25 pour cent.

(iv) Production des larves des tests

Les larves L4 sont représentatives de la sensibilité totale de la population cible et pratiques à gérer. Il est très important d'utiliser une population homogène du début du

quatrième stade, qui est obtenue dans les cinq jours suivant l'éclosion en utilisant les méthodes d'élevage normalisées.

Pour les *Aedes aegypti*, les œufs sont pondus dans un gobelet recouvert d'un papier filtre et rempli au tiers d'eau désionisée. Le papier est séché à température ambiante et conservé plusieurs mois en le stockant dans un sac plastique scellé à température ambiante. Lorsque des larves sont nécessaires, le papier est immergé dans de l'eau déchlorée. Pour synchroniser l'éclosion, ajouter l'alimentation des larves dans l'eau 24 heures avant d'ajouter les œufs. La croissance bactériologique va désoxygéner l'eau et déclencher l'éclosion des œufs. Cela pousse généralement le premier stade larvaire à éclore dans les 12 heures. Ces larves sont ensuite transférées dans un conteneur (25 x 25 cm de profondeur) contenant 2 litres d'eau déchlorée pour obtenir une population de 500 à 700 larves par conteneur. L'alimentation des larves peut consister en des flacons de protéines comme ceux utilisés pour les poissons d'aquarium, ou des biscuits pour chat en poudre, et les conteneurs sont conservés à $25 \pm 2^\circ \text{C}$. Il est important que la quantité d'aliments reste faible pour éviter une forte croissance bactérienne qui tue les larves. Plusieurs séances d'alimentation à un ou deux jours d'intervalle et une observation quotidienne est ce qu'il y a de mieux. Si l'eau devient trouble, remplacer toute l'eau en filtrant les larves et en les transférant dans un récipient propre avec de l'eau propre et de l'alimentation. Cinq à sept jours plus tard, on devrait obtenir une population homogène au début du quatrième stade larvaire (âgés de 5 jours et longs de 4 à 5 mm).

Pour les larves de *Culex pipiens pipiens*, il est plus difficile d'obtenir une population homogène du quatrième stade larvaire. Tout d'abord, un grand nombre de radeaux d'œufs doivent être pondus et collectés le même jour. Ils peuvent être stockés à 15-18 °C afin d'accumuler plus d'œufs pour l'éclosion. Les premiers stades larvaires sont fragiles et ne doivent donc pas être manipulés. Le développement vers le deuxième stade larvaire prend généralement 3 à 4 jours à $25 \pm 2^\circ \text{C}$ après la ponte des œufs. Lorsqu'ils sont prêts, les deuxièmes stades larvaires sont regroupés dans un bac avec trois litres d'eau déchlorée de 4 à 6 cm de profondeur – 800 à 1 000 larves par bac. L'alimentation (extrait de levure et biscuits pour chiens ou chats) est fournie selon les besoins. Les quatrièmes stades larvaires précoces convenant aux tests sont généralement obtenus au bout de sept jours, même si parfois il faut huit ou neuf jours.

Note 6 Les teneurs maximales acceptables de contaminants microbiens n'ont pas encore été déterminées.

Note 7 Essai de toxicité sur les larves de mouches: Bond R. P. M., *et al.* The thermostable exotoxin of *Bacillus thuringiensis*. In: Burges H. D. et Hussey N. W., eds. Microbial control of insects and mites. Academic Press, London, 1971.

Note 8 Aucun test n'est requis si le fabricant a montré que la souche de *Bacillus thuringiensis* n'est pas capable de produire de bêta exotoxine. Aucun test n'est requis pour les *Bacillus sphaericus*, car cette espèce n'est pas connue pour produire des exotoxines.

Note 9 À moins que d'autres températures et/ou durées soient spécifiées.

Note 10 Le titrage biologique est la seule méthode entièrement fiable pour mesurer la masse d'ingrédient actif encore en suspension. Toutefois des méthodes plus simples comme la détermination gravimétrique et l'extraction par solvant peuvent être utilisées de façon régulière sous réserve que ces méthodes aient prouvé qu'elles donnaient des résultats égaux à ceux de la méthode du titrage biologique. En cas de litige, la méthode du titrage biologique sera la méthode d'arbitrage.

Note 11 Les larvicides microbiens doivent être entreposés à des températures fraîches mais des tests accélérés de stabilité au stockage seraient extrêmement utiles pour des contrôles rapides de la stabilité au stockage des produits. Pour l'instant, il n'existe pas de méthode normalisée. En l'absence de test accéléré de la stabilité au stockage, il est recommandé que les normes minimales suivantes soient respectées:

- a) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés à 5 °C pendant 2 ans; et
- b) pas plus de 10% de perte d'activité biologique en dessous de la valeur d'activité indiquée sur l'étiquette lorsqu'ils sont stockés entre 20 et 25 °C pendant 1 an.

Ces tests de la stabilité au stockage doivent être effectués à l'aide d'échantillons de produits représentatifs et l'activité biologique doit être évaluée à l'aide des méthodes d'essai décrites dans la Note 4.

Les résultats du test de l'activité biologique peuvent varier jusqu'à $\pm 25\%$ de la moyenne et cela doit être pris en compte en déterminant la perte d'activité. Si les données des tests sur un et deux ans ne sont pas disponibles au moment de la rédaction d'une spécification, une estimation de la stabilité au stockage peut être acceptable, en attendant la fin des tests.

Annexe A

LISTE DE CONTRÔLE POUR LA SOUMISSION DE DEMANDES D'ÉLABORATION DE SPÉCIFICATIONS FAO ET OU OMS

La FAO et l'OMS accueillent la soumission de demandes d'élaboration de spécifications de pesticides ou d'extension de spécifications FAO et ou OMS à des produits d'autres fabricants. Une demande formelle imprimée sur papier (avec une copie électronique sur CD) doit être soumise. Les exigences en ce qui concerne l'ensemble de données, telles qu'elles sont précisées dans le Manuel sur l'élaboration et l'utilisation des spécifications FAO/OMS pour les pesticides et ses amendements (disponibles sur <http://www.OMS.int/WHOPES/quality/en/>) doivent être strictement suivies.

Une lettre de motivation est obligatoire et doit inclure les informations suivantes:

- Le nom, l'adresse et le point de contact du ou des auteur(s) de la proposition de spécification.
- Une déclaration si la demande a pour fin l'élaboration d'une nouvelle spécification ou pour fin l'extension d'une spécification existante. Dans le premier cas, préciser si la proposition est pour les spécifications conjointes FAO/OMS ou uniquement pour les spécifications de l'OMS. Pour l'extension des spécifications existantes, la source du TC/TK, en tant que source unique, doit être déclarée. Dans le cas des spécifications de l'OMS, le cas échéant, confirmez que la formulation et le processus de fabrication sont les mêmes que ceux employés pour le produit évalué par le WHOPES en ce qui concerne l'efficacité.
- Confirmez que la production actuelle se conforme aux limites identifiées dans les spécifications en ce qui concerne la teneur du principe actif. Limites maximales de fabrication d'impuretés.
- Toute autre information qui peut faciliter l'examen et l'évaluation de la demande.

Joindre:

- Le formulaire électronique de saisie des données de l'auteur de la proposition rempli (disponible sur <http://www.OMS.int/WHOPES/quality/en/>) et des spécifications dans le « format normalisé » en fichier Word (**pas** PDF). Voir également la liste de contrôle jointe.
- Les rapports d'étude originaux des propriétés physiques et chimiques du principe actif.
- Les rapports d'étude à l'appui de chacun des critères (paramètre) des spécifications pour un produit formulé.
- La méthode d'essai validée pour la mesure des paramètres d'une nouvelle spécification lorsque les spécifications des directives FAO/OMS n'existent pas.
- Une lettre d'autorisation octroyée à l'OMS et un organe en charge des inscriptions pour l'accès aux données nationales d'homologation pour la comparaison de données confidentielles (processus de fabrication et profil de pureté/impureté).
- Une brève description avec les données/informations nécessaires sur les systèmes de contrôle et d'assurance qualité internes des fabricants.

La liste de contrôle suivante sert à faciliter le rassemblement de l'ensemble des données. En cas de doute ou de questions, veuillez vous référer aux sections pertinentes du Manuel sur l'élaboration et l'utilisation des spécifications de la FAO et de l'OMS pour les pesticides et à ses amendements. Veuillez fournir une copie de la liste de contrôle avec votre demande et vérifiez (✓) les informations/documents qui sont inclus dans votre soumission.

A. DONNÉES REQUISES POUR LES MATIÈRES ACTIVES DE QUALITÉ TECHNIQUE ET PURES (TC/TK)

O = données requises; (O) = besoins conditionnels de données; et N = non nécessaire

Chapitre 3, Manuel	Besoins	Pour spécification de référence	Pour équivalence (extension des spécifications d'un TC ou TK)	Vérifiez (✓) si inclus dans la soumis sion
A.1	Identité de la matière active (information uniquement)			
	Nom commun ISO anglais (E-ISO) et statut	O	O	
	Tout autre nom commun ou synonyme.	O	O	
	Nom chimique (UICPA et CA).	O	O	
	N° CAS (pour chaque isomère ou le mélange d'isomères, le cas échéant).	O	O	
	N° CIPAC	O	O	
	Formule(s) structurelle(s) (dont la stéréochimie des isomères actifs).	O	O	
	Composition isomérique, le cas échéant.	O	O	
	Formules moléculaires.	O	O	
	Masse moléculaire relative.	O	O	
A.2	Propriétés physiques et chimiques de la matière active (études et points extrêmes), active pure			
	Entrée (études et point extrême), active pure			
	Point de fusion	O	(O)	
	Température de décomposition	O	(O)	
	Pression de vapeur	O	(O)	
	Solubilité dans l'eau	O	(O)	
	Coefficient de partage octanol:eau	O	(O)	
	Caractéristiques de dissociation, le cas échéant	O	(O)	
	Hydrolyse, photolyse et autres caractéristiques de dégradation	O	(O)	
	Point de fusion du TC (matières actives qui sont solides au-dessus de 0 °C).	O	(O)	
	Études et données de la solubilité dans les solvants organiques à température ambiante pour la matière active de qualité technique et pure.	O	(O)	

Chapitre 3, Manuel	Besoins	Pour spécification de référence	Pour équivalence (extension des spécifications d'un TC ou TK)	Vérifiez (✓) si inclus dans la soumis sion
A.3	Aperçu de la voie de fabrication	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
A.4	Teneur minimale du principe actif.	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
A.5	Limites maximales pour les impuretés de fabrication présentes à 1 g/kg ou au-dessus, appuyées par les données de l'analyse par lots (5 lots types minimum) (données confidentielles).	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
A.6	Limites maximales pour les impuretés de fabrication proposées comme pertinentes à < 1 g/kg.	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
A.7	Informations sur les impuretés pertinentes, avec des explications sur les effets observés (par exemple, effets toxicologiques, ou effets sur la stabilité de la matière active). Les limites fixées par la réunion conjointe FAO/OMS sur les résidus de pesticides (JMPR) et/ou les autorités d'homologation doivent accompagner ces informations, en identifiant l'autorité chargée de fixer la limite.	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
A.8	Identité et teneur nominale (g/kg) des composés ajoutés intentionnellement au TC/TK (données confidentielles).	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	

Chapitre 3, Manuel	Besoins	Pour spécification de référence	Pour équivalence (extension des spécifications d'un TC ou TK)	Vérifiez (✓) si inclus dans la soumis sion
A.9	Résumés toxicologiques (y compris les conditions et les résultats des essais)	O	(O)	
A.9.1	Profil toxicologique du TC/TK fondé sur la toxicité aiguë orale, cutanée et par inhalation; l'irritation de la peau et des yeux, la sensibilisation de la peau.	O	(O)	
A.9.2	Profil toxicologique du TC/TK fondé sur l'administration répétée (de sous-aiguë à chronique) et des études telles que la toxicité reproductive et développementale, la génotoxicité, la cancérogénicité, etc. Équivalence: Données sur la mutagénicité in-vitro (<i>S. typhimurium.</i>) requises dans tous les cas y compris l'équivalence Tier-1	O	(O)	
A.9.3	Profil écotoxicologique du TC/TK fondé sur la toxicité des organismes aquatiques et terrestres (par ex., poissons, crustacés, algues, oiseaux, abeilles), selon l'utilisation prévue et l'information sur la persistance.	O	N	
A.10.1	Classification OMS par danger.	O	N	
A.10.2	Les références aux évaluations de la JMPR pour la toxicologie, le devenir environnemental et l'écotoxicologie doivent être données lorsqu'elles existent.	O	N	

B. BESOINS DE DONNÉES POUR LES FORMULATIONS (LE CAS ÉCHÉANT; VOIR ÉGALEMENT LA NOTE GÉNÉRALE CI-DESSUS)

Chapitre 3, Manuel	Besoins	Vérifiez (✓) si inclus dans la soumission
B.1	Identifier si les formulations sont pour une utilisation dans le domaine de la santé publique ou dans le domaine de l'agriculture, ou dans les deux.	
B.2	Dans le cas de pesticides utilisés dans le domaine de la santé publique, confirmer que la formulation et le processus de fabrication sont les mêmes que ceux employés pour le produit évalué par le WHOPES en ce qui concerne l'efficacité.	
B.3	Faire la liste des principaux types de formulation disponibles et identifier ceux pour lesquels des spécifications sont recherchées.	
B.4	Faire la liste des principaux pays où ces formulations sont homologuées et vendues ou, s'ils sont très nombreux, donner le nombre de pays dans chaque région ou continent.	
B.5	Les propriétés physiques, comme requises par les Sections 5 à 9 de ce Manuel. Si nécessaire, expliquer brièvement pourquoi il est proposé que certaines clauses soient supprimées, que de nouvelles clauses soient insérées ou que des limites moins contraignantes soient adoptées par rapport à celles indiquées dans les spécifications relatives aux directives.	

Note: L'extension des spécifications pour certaines formulations (par exemple les filets insecticides anti-moustiques longue durée) exige des données supplémentaires.

C. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ESSAI DES TC/TK ET DES INGRÉDIENTS DES FORMULATIONS (TC/TK)

O = données requises; (O) = besoin de données conditionnel

Chapitre 3, Manuel	Besoins	Pour spécification de référence	Pour équivalence (extension des spécifications d'un TC ou TK)	Vérifiez (✓) si inclus dans la soumission
C.1	Au moins deux méthodes pour tester l'identité du principe actif et une pour tester l'identité du contre-ion ou d'un autre dérivé, le cas échéant.	O	(O)	
C.2	Méthode de détermination de la teneur en principe actif. La méthode doit être validée en collaboration.	O	(O)	
C.3	Méthodes d'analyse pour les impuretés pertinentes, dans le détail, y compris les données de validation si elles ne sont pas publiées. Donner le principe des méthodes d'analyse utilisées pour les impuretés non pertinentes dans le TC/TK (GC avec FID, par exemple).	O	O	
C.4	Méthodes d'essai de référence des propriétés physico-chimiques.	O	O	
C.5	Informations sur la validation complète, en cours ou prévue des méthodes énumérées en C.2 et C.3.	O	O	

Annexe B

Annexe B FOURNITURE ET CERTIFICATION DES SUBSTANCES DE RÉFÉRENCE DES INGRÉDIENTS DES PESTICIDES

INTRODUCTION

Les substances de référence à la teneur connue sont souvent essentielles pour la détermination quantitative des principes actifs des pesticides dans différents types d'échantillons et à divers niveaux de concentration. Elles sont disponibles depuis diverses sources. Il est important que la teneur du principe actif soit déclarée et certifiée (Note 1).

1. FOURNITURE DES SUBSTANCES DE RÉFÉRENCE

Il y a deux sources d'approvisionnement pour les substances de référence certifiées:

- le fabricant du principe actif en question;
- les instituts de normalisation ou les compagnies vendant les substances de référence.

1.1 Fourniture par le fabricant

Le fabricant d'un principe actif de qualité technique d'un pesticide, ou de ses formulations, est obligé de fournir une substance de référence certifiée dans les cas suivants:

1.1.1 Relations commerciales entre le client et le fabricant

Le client, ou un laboratoire indépendant, peut vouloir contrôler la teneur en principe actif du matériel délivré par le fabricant. Cela doit se faire sur la base de la spécification et à l'aide de la méthode d'analyse qui y est indiquée. Les substances de référence certifiées du fabricant doivent être mises à la disposition du client afin d'éviter toute divergence dans les résultats d'analyse qui pourrait, autrement, provenir de différences dans la pureté des substances de référence utilisées par les deux parties.

1.1.2 Relations entre le fabricant et les autorités d'homologation

Chaque compagnie (pas seulement l'inventeur) demandant l'homologation d'un pesticide (nouvelle matière active ou formulation) doit fournir sa propre substance de référence certifiée, si les autorités d'homologation l'exigent.

1.2 Fourniture par les producteurs ou fournisseurs de substances de référence

Il y a divers instituts de normalisation et de compagnies commerciales qui offrent des substances de référence. Ils doivent normalement être approchés si des substances de référence sont exigées dans des situations différentes de celles mentionnées ci-dessus. Sur demande, les fabricants peuvent, à leur discrétion, fournir également des substances de référence dans de tels cas.

2. CERTIFICATION

Un certificat d'identité et de teneur déterminée, ainsi que l'incertitude de mesure correspondante et une référence à la ou les méthodes d'analyse utilisées, doivent toujours accompagner chaque échantillon de substance de référence certifiée. Des descriptions comme « supérieur à ...% » sont inacceptables. Les conditions de stockage recommandées et une date d'expiration doivent également être indiquées.

Note 1 Pour des informations plus détaillées, voir Manuel D de la CIPAC, pages 186-196.

Annexe C

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Agent de formulation	Toute substance, autre que la matière active de qualité techniques, intégrée intentionnellement dans une formulation.
Agent tensio-actif	Un agent de formulation qui réduit la tension interfaciale entre deux surfaces limites, augmentant ainsi les propriétés d'émulsion, de propagation, de dispersibilité et/ou de mouillage des liquides ou des solides.
Agglomérat	Particules solidement liées.
Agrégat	Particules adhérant les unes aux autres de façon lâche.
Agrégat	Morceau macroscopique de matière solide sans forme régulière.
ALINA	Asociación Latinoamericana de la Industria Nacional de Agroquímicos
AOAC	AOAC International, précédemment Association des chimistes analytiques officiels the Association of Official Analytical Chemists.
Attrition	L'usure de la surface d'un solide suite à un frottement ou un choc, en particulier par une interaction entre particules. Voir également Friabilité.
CA	Chemical Abstracts®.
Charge	Un agent de formulation solide inerte utilisé comme diluant.
CIPAC	Commission internationale des méthodes d'analyse des pesticides.
Co-formulant	Co-formulant signifie composant d'un ingrédient non-actif d'un produit formulé.
Compatibilité	L'absence de réactions/interactions néfastes ou non voulues (physiques, chimiques ou biologiques) lorsque des produits chimiques ou des formulations sont mélangés.
Contaminant (biologique)	Aux fins de ce Manuel, toute entité biologique inattendue ou des parties d'entre elles (autres que les composants qui peuvent être considérés comme des contaminants chimiques), présente par quelque moyen que ce soit dans un pesticide technique ou formulé. Voir également Impureté.
Contaminant (chimique)	Aux fins de ce Manuel, une substance ou un matériau, ou un mélange, inattendu présent par quelque moyen que ce soit dans un pesticide technique ou formulé. Voir également Impureté.
Crème	Une couche opaque s'accumulant à la surface ou au fond d'une émulsion.
CropLife International	Précédemment connu sous le nom de GCPF et aussi GIFAP.
Danger	Propriété inhérente d'un agent ou d'une situation ayant le potentiel pour provoquer des effets néfastes lorsqu'un organisme, un système ou une (sous)population est exposé à cet agent. Voir également Risque.
Date de sortie	La date à partir de laquelle le fournisseur garantit une durée de vie d'au moins deux ans, à moins d'indication contraire, dans les conditions actuelles de stockage dans la zone où la matière active de qualité technique ou la formulation doivent être commercialisées.

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Densité	Masse par unité de volume d'une substance à une température déterminée. Les unités de volume et de masse doivent être indiquées, par exemple gramme par millilitre à 20 ± 2 °C. La densité en vrac des poudres et des granulés fait référence à leur densité apparente, y compris l'air, etc., intégrée dans la masse. Les valeurs de la densité en vrac sont affectées par la sédimentation (par exemple par le tassement), le compactage ou la pression.
Densité apparente	Voir Densité.
Densité au tassement	Voir Densité.
Densité en vrac	Voir Densité.
Dispersibilité	La facilité avec laquelle un solide insoluble ou une substance liquide peut être dispersé uniformément dans un liquide.
Dispositif	Aux fins de ce Manuel, toute entité physique ou mécanique qui est chargée d'une quantité de pesticide, prête pour une utilisation immédiate sans dilution, mélange, etc.
Distribution granulométrique	Distribution de la fréquence en masse ou en nombre des particules d'un matériau particulaire solide.
Données minimales requises	Données requises pour évaluer les propositions de spécifications FAO/OMS. Ces données sont le minimum considéré comme nécessaire pour évaluer tous les aspects de la spécification.
ECCA	Association européenne pour la protection des plantes
Équivalence (équivalent)	<p>Le Code international de conduite sur la gestion des pesticides de la FAO/OMS définit l'équivalence dans les grandes lignes comme: « L'équivalence signifie la détermination de la similarité du profil d'impuretés et du profil toxicologique ainsi que la détermination des propriétés physiques et chimiques présentées par des matières actives de qualité technique supposées similaires de pesticides préparés par différents fabricants afin d'établir s'ils présentent des niveaux de risque analogues. »</p> <p>Dans la pratique, la détermination de l'équivalence par la JMPS implique une évaluation comparative des profils d'impuretés et toxicologiques, la spécification de fabrication ainsi que des données pour les propriétés physiques et chimiques, des matières actives de qualité techniques (TC/TK) produites par différents fabricants ou par différentes voies de fabrication ou sur différents sites de fabrication. La comparaison est faite avec le profil de référence dans chaque cas. Si les matériaux peuvent partager une spécification commune, et si le degré de similarité est tel que le ou les matériaux produits par le ou les fabricants supplémentaires, ou les nouveaux sites ou voies de fabrication, présentent des risques qui ne sont pas considérés comme supérieurs à ceux du TC/TK sur lequel les profils de référence sont basés, le ou les matériaux nouveaux ou supplémentaires peuvent être considérés comme équivalents au TC/TK original.</p> <p>Les formulations d'un pesticide particulier sont considérées comme équivalentes si elles sont préparées à partir de TC/TK équivalents et se conforment à la même spécification mais cela ne signifie pas qu'elles offrent nécessairement une même efficacité ou présentent des risques identiques dans une application particulière.</p>

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Évaluateur	Un expert participant à la JMPS, désigné par la FAO/OMS pour effectuer l'évaluation des données fournies à l'appui d'une proposition de spécification FAO/OMS, ou de la proposition d'extension d'une spécification existante, en suivant les principes de procédure exposés dans l'édition actuelle de ce Manuel.
Fabricant	Fabricant signifie une société ou une autre entité du secteur public ou privé (y compris un particulier) engagé dans l'entreprise ou la fonction (que ce soit directement ou par le biais d'un agent ou d'une entité contrôlé ou sous contrat avec elle) de fabrication d'un principe actif de pesticide.
Fabricant ultérieur, supplémentaire ou parallèle	Tout fabricant de pesticide autre que l'autre de la proposition de la spécification originale.
FAO	Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
Fines	Voir Particules sous-dimensionnées.
Floculation	Agrégation de particules en suspension dans un liquide.
Fluence	Capacité des matériaux à s'écouler librement dans des conditions déterminées.
Formulation	Formulation signifie la combinaison de divers ingrédients conçus pour rendre le produit utile et efficace pour l'objectif revendiqué et pour le mode d'application envisagé.
Friabilité	La tendance d'un solide, comme un granulé ou un comprimé, à se désintégrer en particules. Voir également Attrition.
Gamme dimensionnelle	Tailles limites inférieures et supérieures d'un matériau particulaire.
Impureté (biologique)	Une entité biologique ou des parties d'entre elles (autres que les composants qui peuvent être considérés comme des contaminants chimique) découlant de la fabrication d'un principe actif tiré d'une source biologique. Aux fins de ce Manuel, la définition n'inclut pas les impuretés tirées des agents de formulation ou d'autres additifs. Voir également Contaminant et Impureté pertinente.
Impureté (chimique)	Un sous-produit résultant de la fabrication du principe actif ou provenant du principe actif pendant la formulation ou le stockage. Aux fins de ce Manuel, la définition n'inclut pas les impuretés provenant uniquement des agents de formulation ou d'autres additifs, avant ou pendant le stockage. Voir également Contaminant et Impureté pertinente.
Impureté pertinente	Un sous-produit de la fabrication ou du stockage d'un pesticide qui, par rapport au principe actif, est important sur le plan toxicologique pour la santé ou l'environnement, est phytotoxique pour les plantes traitées, provoque des souillures sur les cultures vivrières, affecte la stabilité du pesticide ou provoque tout autre effet néfaste. L'eau peut être une impureté pertinente si elle nuit à la stabilité du pesticide ou à la fabrication d'une formulation satisfaisante. Les matières insolubles peuvent également être une impureté pertinente dans un TC/TK si les formulations préparées à partir d'elles bloquent les buses/filtres du pulvérisateur ou échouent au test du tamis humide, par exemple. Une impureté peut être non pertinente dans un pesticide ou un produit et pertinente dans un autre, même en étant présente dans les deux, car la pertinence est déterminée par les dangers de l'impureté par rapport à ceux du principe actif.

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Inflammable	Prêt à prendre feu.
Ingrédient (s) actif(s)	Principe actif signifie la partie du produit qui fournit l'action pesticide.
ISO	Organisation internationale de normalisation, qui publie les noms communs des pesticides, qui ont généralement été élaborés par l'organisme britannique de normalisation (BSI) E-ISO indique la forme anglaise du nom et F-ISO indique la forme française. Les noms français sont identifiés comme masculin (m) ou féminin (f).
JMPR	Réunion conjointe FAO/OMS sur les résidus de pesticides. Composée du Groupe d'experts de la FAO sur les résidus de pesticides dans les produits alimentaires et dans l'environnement et du Groupe d'experts de l'OMS d'évaluation toxicologique de base des résidus de pesticides.
JMPS	Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications de pesticides. Un groupe d'experts nommés par la FAO et l'OMS pour gérer les spécifications de pesticides.
Liquide hautement inflammable	Un liquide ayant un point d'éclair inférieur 21 °C déterminé par une méthode en récipient clos. Voir également Liquide inflammable.
Liquide inflammable	Liquide ayant un point d'éclair égal ou supérieur à 21 °C et inférieur à 55 °C, déterminé par une méthode en récipient clos. Voir également Liquide hautement inflammable.
Lot	Partie ou totalité d'une livraison qui peut comprendre une partie ou la totalité d'un lot de fabrication.
Lot de fabrication	Quantité définie de produit fabriqué en une seule série d'opérations.
Manuel	L'édition actuelle ou la révision du Manuel sur l'élaboration et l'utilisation des spécifications FAO/OMS pour les pesticides.
Mélange dans le réservoir	Deux formulations ou plus mélangées dans le réservoir du pulvérisateur (y compris les formulations non-pesticides comme les engrais liquides).
N° CAS®	Numéro d'enregistrement Chemical Abstracts Service®.
N° EINECS No.	Numéro de l'inventaire européen des substances chimiques commerciales existantes (pour les produits chimiques existants).
N° ELINCS	Numéro de la liste européenne des substances chimiques (pour les nouveaux produits chimiques).
N° INCI	Numéro de la Nomenclature internationale des ingrédients cosmétiques.
Non-inflammable	Qui ne s'enflamme pas facilement, avec un point d'éclair supérieur à 55 °C déterminé par la méthode du récipient clos.
OMS	Organisation mondiale de la santé.
Particules sous-dimensionnées	Particules d'une substance solide de dimensions inférieures à une taille spécifiée.
Particules surdimensionnées	Particules d'une matière solide de dimensions supérieures à une taille spécifiée.
Parties intéressées	Organisations ou particuliers, comme les sociétés commerciales, les autorités d'homologation des pesticides, les organisations non-gouvernementales et les scientifiques concernés par les spécifications des pesticides.

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Pesticide	<p>Pesticide signifie toute substance, ou mélange de substances chimiques ou biologiques, conçue pour repousser, détruire ou lutter contre tout ravageur ou pour réguler la croissance des plantes.</p> <p>Dans le cadre de ce Manuel, le terme comprend toute substance, ou mélange de substances, ou micro-organismes y compris des virus, conçus pour repousser, détruire ou lutter contre tout ravageur, notamment les vecteurs de maladies humaines ou animales, les ravageurs nuisibles, les espèces non voulues de plantes ou d'animaux causant un préjudice ou interférant sinon avec la production, la transformation, le stockage, le transport ou la commercialisation de produits alimentaires et agricoles, le bois et les produits ligneux ou les aliments pour animaux, ou qui peuvent être administrés aux animaux pour lutter contre les insectes, les arachnides ou autres ravageurs dans ou sur leurs corps. Le terme inclut les substances conçues pour être utilisées comme régulateurs de croissance des insectes ou des végétaux; les défoliants; agents de dessiccation, les agents de mise en place, d'éclaircissage ou pour empêcher la chute prématurée des fruits; et les produits appliqués aux cultures avant ou après la récolte pour protéger le produit contre la détérioration pendant le stockage et le transport. Le terme inclut également les synergistes et les phytoprotecteurs des pesticides quand ils font partie intégrante de la performance du pesticide. Le terme « pesticide technique technique » fait référence au matériel technique et aux concentrés techniques. Le terme « pesticide formulé formulé » fait référence à toute formulation contenant un pesticide.</p>
Phytotoxique	<p>La phytotoxicité est la capacité d'un composé à causer des dommages temporaires ou de longue durée aux plantes. Les dommages peuvent être généraux ou restreints à certaines espèces de cultivars ou de plantes. Les contaminants ou les impuretés phytotoxiques dans un herbicide peuvent élargir la gamme des plantes endommagées au-delà de ce qu'on attend.</p>
Point d'éclair	<p>La plus basse température à laquelle un produit forme un mélange vapeur/air inflammable dans des conditions standard.</p>
Point extrême	<p>Caractéristique ou paramètre physico-chimique, écologique ou toxicologique mesurable d'un système d'essai (généralement un organisme) qui est choisi comme critère d'évaluation le plus pertinent (par ex. la température de décomposition, la mort dans un essai de toxicité aiguë ou l'incidence des tumeurs dans une étude chronique).</p>
Poussière	<p>Un fin matériau solide, éventuellement aérien, avec des particules d'une taille inférieure à 50 µm.</p>

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Profil de référence	<p>Les profils d'impuretés/puretés, toxicologiques et écotoxicologiques sur lesquels se base la spécification originale de la matière active de qualité technique.</p> <p>Les profils de référence sont utilisés pour la détermination de l'équivalence. Un profil de référence n'est pas modifié par les données appuyant des matières actives de qualité technique supplémentaires qui sont par la suite jugées équivalentes mais, après la revue des spécifications par la JMPS, un nouveau profil de référence peut remplacer le précédent.</p> <p>Généralement, le profil de référence des impuretés se rapporte à la matière active de qualité technique appuyée par les profils toxicologiques et écotoxicologiques les plus complets.</p>
Profil écotoxicologique	Un résumé des données sur les points extrêmes écotoxicologiques qui peuvent avoir des conséquences pour les organismes aquatiques et terrestres, en raison de l'exposition possible en fonction des utilisations prévues, pour un pesticide particulier.
Profils toxicologique	Un résumé des données sur les points extrêmes toxicologiques qui peuvent avoir des conséquences pour la santé humaine, en raison de l'exposition via diverses voies, pour un pesticide particulier.
Proposant	Tout fabricant, groupe de fabricants ou partie intéressée qui soumet un projet de spécification et un ensemble de données à la FAO/OMS pour évaluation, à l'appui d'une nouvelle spécification ou pour l'extension d'une spécification existante.
Réunion à huis clos	Une réunion de la JMPS traitant d'informations confidentielles, où la participation est limitée exclusivement aux experts désignés par la FAO/OMS. Les auteurs de propositions et/ou d'autres peuvent être invités par la FAO/OMS pour l'examen de questions spécifiques.
Réunion ouverte	Une réunion organisée conjointement par la JMPS et la CIPAC où, en plus des experts invités par la FAO/OMS, la participation est ouverte à quiconque souhaite y assister.
Risque	La probabilité d'un effet nocif dans un organisme, système ou (sous)population provoquée dans des circonstances spécifiées par l'exposition à un agent.
Sédimentation	La chute de particules dans un milieu continu (généralement du liquide aux fins de la spécification).
Semences	Le terme « semences » tel qu'il est utilisé dans ce Manuel en ce qui concerne le traitement des semences englobe tout type de matériel végétal qui peut être semé, par ex. les graines de céréales, les plants de pommes de terre, les racines de manioc etc.
Spécification	Le code de conduite de la gestion des pesticides définit de manière générale : « Spécification signifie les paramètres et les critères définissant l'apparence physique et les propriétés physiques et chimiques des pesticides techniques et formulés liés aux profils des dangers et des risques. » Pour plus de détails, voir section 1.1., Portée des spécifications. Les spécifications de la FAO et de l'OMS ainsi que les rapports d'évaluation sont publiés sur les sites web respectifs de ces deux organisations.

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Spécification de fabrication	Pureté minimale de l'ingrédient actif dans une matière active de qualité technique conjointement avec l'identité et les concentrations maximales de toutes les impuretés (y compris les « inconnues inconnues ») produites par un fabricant à l'aide d'un seul processus, découlant de l'analyse de lots représentatifs de la production. En général, les impuretés sont celles aux limites de spécification de fabrication à 1 g/kg ou plus mais des limites inférieures s'appliquent aux impuretés exceptionnellement dangereuses. Lorsque le même principe actif est produit sur différents sites par le même fabricant et la même voie de fabrication, le profil doit englober tous les sites. Lorsque la voie de fabrication diffère entre les sites, ou que les fabricants diffèrent, les profils des impuretés doivent être définis séparément. Alors que les informations sur la pureté minimale du principe actif et sur l'identité et les niveaux maximaux des impuretés pertinentes après l'évaluation sont publiées dans la spécification, les informations sur les impuretés non pertinentes demeurent confidentielles.
Spécification de référence	La spécification actuelle publiée pour un pesticide, lorsqu'elle a été élaborée selon des procédures d'évaluation similaires à celles données dans ce Manuel (à savoir, depuis 1999 pour les spécifications de la FAO et 2002 pour les spécifications de l'OMS). La spécification de référence est sujette à examen et peut être révisée à la lumière d'informations émergentes, ou pour intégrer les formulations d'un fabricant ultérieur. La spécification de référence est utilisée comme premier critère dans la détermination de l'équivalence d'une matière active de qualité technique et/ou la formulation d'un fabricant parallèle ou ultérieur.
Spécifications FAO/OMS	Normes internationales de qualité des pesticides évaluées et publiées par la FAO/OMS.
Support	Agent de formulation solide ajouté à une matière active de qualité technique comme absorbant ou diluant.
Tamissage	Séparation des particules suivant leurs dimensions à l'aide de tamis.
Tolérance	Limites de variations autorisées de la teneur en principe actif à partir d'une valeur donnée. Connues sous le nom de « limites certifiées certifiées » dans certains pays.
Toxicité	Propriété inhérente d'un agent à provoquer un effet biologique nocif.
Traitement des semences	Traitement des semences fait référence à l'application de fongicides, d'insecticides ou d'une combinaison des deux aux semences pour les désinfecter ou les désinfester des organismes pathogènes provenant des semences ou du sol et des insectes dans les installations de stockage (cité d'après ecoport.org).
UICPA	Union internationale de chimie pure et appliquée
Validation	Processus par lequel la fiabilité et la pertinence d'une approche, d'une méthode, d'un processus ou d'une évaluation particulière sont établies pour un objectif défini.
Validation par les pairs (également connue comme Validation par un laboratoire indépendant)	Validation d'une méthode d'analyse par un laboratoire (pair) fonctionnant indépendamment de celui à l'origine de la méthode. Les deux laboratoires peuvent appartenir à la même organisation tant que les analystes, l'équipement, etc. sont distincts et fonctionnent séparément et sans collusion pour la validation. Le processus de validation suivra la procédure de vérification par les pairs d'AOAC International (ou similaire).

GLOSSAIRE DES TERMES

Note. Les définitions des types de formulation des pesticides sont indiquées à l'Annexe E avec le système de codage à deux lettres de CropLife International.

Terme	Définition
Validation par un laboratoire indépendant	Voir validation par les pairs.
WHOPES	Système d'évaluation des pesticides de l'OMS.

Annexe D

CODAGE DES INGRÉDIENTS ACTIFS ET DES SPÉCIFICATIONS

Les noms communs ISO sont utilisés dans les spécifications et les méthodes d'analyse lorsque c'est possible. Chaque spécification ou méthode d'analyse de la CIPAC se voit attribuer un numéro basé sur le numéro du code CIPAC pour le produit chimique et ses dérivés, formant une référence croisée entre la spécification de la FAO/OMS et la méthode d'analyse

Le système de code numérique de la CIPAC est une approche simple pour un codage numérique sans ambiguïté des ingrédients actifs des pesticides et de leurs variantes (pour plus de détails voir le document « Que sont des numéros de code » <http://cipac.org/index.php/code-numbers>) (mars 2016).

Les composés sont facilement identifiés et récupérés à l'aide de ces codes. Actuellement, plus de 700 pesticides et de longues listes de variantes comme les esters et les sels sont couverts par le système de codage de la CIPAC. Une description plus détaillée du contexte du système de codage et des listes alphabétiques et numériques mises à jour des pesticides et de leurs codes sont fournies à l'adresse <http://cipac.org/index.php/code-numbers> (mars 2016)

Annexe E

**D'après la monographie technique n°2 de CropLife International 6^e édition.
Révisée en 2008. Catalogue des types de formulations de pesticides et du
système de codage international (amendé).**

Code	Terme	Définition
AE	Asperseur aérosol	Une formulation conservée dans un conteneur qui est dispersée généralement par un propulseur sous forme de fines gouttelettes ou de particules lors de l'activation d'une soupape.
AL	Tout autre liquide	Un liquide non encore désigné par un code spécifique, à appliquer non dilué.
AP	Toute autre poudre	Une poudre non encore désignée par un code spécifique, à appliquer non diluée.
BR	Briquette	Bloc solide conçu pour la libération contrôlée du principe actif dans l'eau.
CB	Concentré pour préparation d'appât	Un solide ou liquide destiné à la dilution avant d'être utilisé comme appât.
CP	Poudre de contact	Formulation rodenticide ou insecticide sous forme de poudre pour application directe. Anciennement connue sous le nom de poudre de piste (TP).
CS	Suspension de capsules	Une suspension stable de capsules dans un fluide, normalement prévue pour être diluée dans l'eau avant l'utilisation.
DC	Concentrés dispersables	Une formulation homogène liquide à appliquer comme dispersion solide après dilution dans l'eau. (Note: il y a quelques formulations qui ont des caractéristiques intermédiaires entre DC et EC).
DP	Poudres pour poudrage	Poudre fluide adaptée au saupoudrage
DS	Poudre pour traitement à sec des semences	Poudre pour application à l'état sec directement sur la semence.
DT	Tablette pour application directe	Formulation sous forme de comprimés à appliquer individuellement et directement sur le champ et/ou les plans d'eau, sans préparation d'une solution de pulvérisation ou de dispersion.
EC	Concentrés émulsionnables	Une formulation liquide et homogène à appliquer comme émulsion après dilution dans l'eau.
EG	Granulés émulsionnables	Une formulation granulaire, qui peut contenir des agents de formulation non solubles dans l'eau, à appliquer comme émulsion huile dans l'eau des ingrédients actifs après désintégration dans l'eau.
EO	Émulsion, eau dans huile	Une formulation fluide et hétérogène composée d'une solution de pesticides dans l'eau dispersée en fins globules dans une phase liquide organique continue.
EP	Poudres émulsionnables	Une formulation en poudre, qui peut contenir des agents de formulation non solubles dans l'eau, à appliquer comme émulsion huile dans l'eau des ingrédients actifs après dispersion dans l'eau.
ES	Émulsion pour traitement des semences	Émulsion pour application sur la semence soit directement soit après dilution.
EW	Émulsion, huile dans eau	Une formulation fluide et hétérogène composée d'une solution de pesticides dans un liquide organique dispersée en fins globules dans une phase aqueuse continue.
FS	Concentrés fluidifiables pour traitement des semences	Suspension stable pour application sur la semence, soit directement ou après dilution.

Annexe E

Code	Terme	Définition
FU	Fumigène	Formulation combustible, généralement solide qui, lors de l'allumage, libère les ingrédients actifs sous forme de fumée.
GD	Gel pour application directe	Préparation de type gel à appliquer non diluée.
GA	Gaz	Gaz emballé dans une bouteille sous pression ou un réservoir sous pression.
GE	Produit générateur de gaz	Formulation qui génère un gaz par réaction chimique.
GL	Gel émulsionnable	Formulation gélatinisée à appliquer comme émulsion dans l'eau.
GR	Granulé	Formulation solide fluide de de granulés de taille définie prêts à l'emploi.
GS	Graisse	Formulation très visqueuse à base d'huile ou de graisse.
GW	Gel soluble dans l'eau	Formulation gélatinisée à appliquer comme solution aqueuse.
HN	Produit pour nébulisation à chaud	Formulation adaptée à l'application par un matériel de nébulisation à chaud, soit directement, soit après dilution.
KK	Emballage associatif solide/liquide	Une formulation liquide et une formulation solide, contenues séparément dans un emballage externe, conçues pour une application simultanée dans un mélange en cuve.
KL	Emballage associatif liquide/liquide	Deux formulations liquides, contenues séparément dans un emballage externe, conçues pour une application simultanée dans un mélange en cuve.
KN	Produit pour nébulisation à froid	Formulation adaptée à l'application par un matériel de nébulisation à froid, soit directement, soit après dilution.
LN	Filet insecticides de longue durée contre les insectes	Une formulation à libération lente ou contrôlée sous forme de filet, offrant des barrières physiques et chimiques contre les insectes. LN fait référence à la fois aux filets en vrac et aux produits prêts à l'emploi, par exemple les moustiquaires.
LB	Sac de stockage de longue durée	Formulation à libération lente ou contrôlée sous la forme d'un sac traité pour le stockage, offrant des obstacles physiques et chimiques, par exemple aux ravageurs.
LS	Liquide pour traitement des semences	Un liquide clair à opalescent à appliquer à la semence directement ou en solution du principe actif après dilution dans l'eau. Le liquide peut contenir des agents de formulation non solubles dans l'eau.
MC	Spirales anti-moustiques	Une spirale qui brûle (fume) sans produire de flamme et libère le principe actif dans l'atmosphère locale sous forme de vapeur ou de fumée.
ME	Microémulsion	Un liquide clair à opalescent contenant de l'huile et de l'eau à appliquer directement ou après dilution dans l'eau où il peut former une microémulsion diluée ou une émulsion conventionnelle.
MR	Libération par matrice	Formulation à libération lente ou contrôlée sous la forme d'une matrice polymère offrant des effets longue durée. Elle est conçue pour être appliquée directement.
OD	Suspension concentrée huileuse	Suspension stable d'ingrédients actifs dans un fluide non miscible dans l'eau, qui peut contenir d'autres ingrédients actifs non dissous, prévue pour être diluée dans l'eau avant utilisation.
OF	Suspension concentrée diluable dans l'huile (suspension miscible à l'huile)	Suspension stable d'ingrédients actifs dans un fluide prévues pour être diluée dans un liquide organique avant utilisation.

Code	Terme	Définition
OL	Liquide miscible à l'huile	Une formulation liquide homogène à appliquer comme liquide homogène après dilution dans un liquide organique.
OP	Poudre à disperser dans l'huile	Une formulation en poudre à appliquer en suspension après dispersion dans un liquide organique.
PA	Latex	Composition filmogène à base d'eau.
PR	Bâtonnet à usage agro-pharmaceutique	Un petit bâtonnet, généralement de quelques centimètres de long et quelques millimètres de diamètre, contenant un principe actif.
RB	Appât (prêt à l'emploi)	Formulation conçue pour attirer et être mangée par les ravageurs cibles.
SC	Suspension concentrée (= concentré fluidifiable)	Suspension stable d'ingrédients actifs avec de l'eau comme fluide, prévue pour être diluée avec de l'eau avant utilisation.
SD	Suspension concentrée pour application directe	Suspension stable d'ingrédients actifs dans un fluide, qui peut contenir d'autres ingrédients actifs dissous, prévue pour une application directe, dans les rizières par exemple.
SE	Suspension-émulsion	Formulation hétérogène fluide composée d'une dispersion stable d'ingrédients actifs sous la forme de particules solides et de fins globules dans une phase aqueuse continue.
SG	Granulés solubles dans l'eau	Formulation composée de granulés à appliquer comme vraie solution du principe actif après dissolution dans l'eau, mais qui peut contenir des ingrédients inertes insolubles.
SL	Concentré soluble	Un liquide clair à opalescent à appliquer comme solution du principe actif après dilution dans l'eau. Le liquide peut contenir des agents de formulation non solubles dans l'eau.
SO	Huile filmogène	Formulation conçue pour former une couche de surface lors de l'application sur l'eau.
SP	Poudre soluble dans l'eau	Formulation en poudre à appliquer comme vraie solution du principe actif après dissolution dans l'eau, mais qui peut contenir des ingrédients inertes non solubles.
ST	Comprimés solubles dans l'eau	Formulation sous forme de comprimés à utiliser individuellement, pour former une solution du principe actif après désintégration dans l'eau. La formulation peut contenir des agents de formulation non solubles dans l'eau.
SU	Suspension pour application à ultra bas volume (UBV)	Suspension prête à l'emploi avec du matériel UBV.
TB	Tablette	Solides préformés de formes et de dimensions uniformes, généralement circulaires, avec des faces planes ou convexes, la distance entre les faces étant inférieure au diamètre.
TC	Produits techniques	Matériel résultant d'un processus de fabrication comprenant le principe actif ainsi que les impuretés associées. Il peut contenir de petites quantités d'additifs nécessaires.
TK	Pré-mélanges	Matériel résultant d'un processus de fabrication comprenant le principe actif ainsi que les impuretés associées. Il peut contenir de petites quantités d'additifs nécessaires et de diluants appropriés.
UL	Liquide pour application à ultra bas volume (UBV)	Liquide homogène prêt à l'emploi avec du matériel UBV.

Annexe E

Code	Terme	Définition
VP	Produit diffuseur de vapeur	Formulation contenant un ou plusieurs ingrédients actifs volatiles dont les vapeurs sont libérées dans l'air. Le taux d'évaporation est normalement contrôlé par des formulations et/ou des asperseurs appropriés.
WG	Granulés à disperser dans l'eau	Formulation composée de granulés à appliquer après désintégration et dispersion dans l'eau.
WP	Poudre mouillable	Formulation en poudre à appliquer comme suspension après dispersion dans l'eau.
WS	Poudre mouillable pour traitement humide des semences	Poudre à disperser à concentration élevée dans l'eau avant application comme bouillie à la semence.
WT	Comprimés à disperser dans l'eau	Formulation sous forme de comprimés à utiliser individuellement, pour former une dispersion du principe actif après désintégration dans l'eau.
XX	Autres	Classification temporaire de toutes les autres formulations non énumérées ci-dessus.
ZC	Formulation mixte de CS et SC	Suspension stable de capsules et d'ingrédients actifs dans un fluide, normalement prévue pour être diluée dans l'eau avant utilisation.
ZE	Formulation mixte de CS et SE	Formulation fluide hétérogène composée d'une dispersion stable d'ingrédients actifs sous la forme de capsules, de particules solides et de fins globules dans une phase aqueuse continue, normalement prévue pour être diluée avec de l'eau avant utilisation.
ZW	Formulation mixte de CS et EW	Formulation fluide hétérogène composée d'une dispersion stable d'ingrédients actifs sous la forme de capsules et de fins globules dans une phase aqueuse continue, normalement prévue pour être diluée avec de l'eau avant utilisation.

Aux fins de tenue des registres, le suffixe « SB » doit être ajouté au code de la formulation si le produit est emballé dans un sac scellé soluble à l'eau (par ex. WP-SB).

Code	Terme	Définition
Codes de formulation qui ne sont plus pris en charge		
AB	Appât sur grain	Forme spéciale d'appât. Se référer à RB
BB	Appât en bloc	Forme spéciale d'appât. Se référer à RB
CF	Suspension de capsules pour traitement des semences	Suspension stable de capsules dans un fluide à appliquer sur la semence, soit directement, soit après dilution
CG	Granulé encapsulé	Granulé avec un revêtement protecteur ou à libération contrôlée. Se référer à GR
CL	Liquide ou gel de contact	Formulation rodenticide ou insecticide sous forme de liquide ou de gel pour application directe, ou après dilution dans le cas des gels.
ED	Liquide chargeable électriquement	Formulation liquide spéciale pour pulvérisation électrostatique (électrodynamique)
FD	Boîte fumigène	Forme spéciale de générateur de fumée. Se référer à FU
FG	Granulé fin	Granulé dans une fourchette de granulométrie de 300 à 2 500 µm. Se référer à GR
FK	Bougie fumigène	Forme spéciale de générateur de fumée. Se référer à FU
FP	Cartouche fumigène	Forme spéciale de générateur de fumée. Se référer à FU
FR	Bâtonnet fumigène	Forme spéciale de générateur de fumée. Se référer à FU
FT	Comprimé fumigène	Forme spéciale de générateur de fumée. Se référer à FU
FW	Granulé fumigène	Forme spéciale de générateur de fumée. Se référer à FU
GB	Appât granulé	Forme spéciale d'appât. Se référer à RB
GF	Gel pour traitement des semences	Formulation gélatineuse homogène à appliquer directement sur la semence
GG	Macrogranulé	Granulé dans une fourchette de granulométrie de 2 000 à 6 000 µm. Se référer à GR
GP	Poudre à pulvériser	Poudre pulvérisable très fine pour application pneumatique dans les serres.
KP	Emballage associatif solide/solide	Deux formulations solides, contenues séparément dans un emballage externe, prévues pour une application simultanée dans un mélange en cuve.
LA	Laque	Formulation filmogène à base de solvant.
LV	Vaporisateur pour liquide	Une formulation liquide dans une cartouche/bouteille, conçue pour aller dans une unité de chauffage adaptée, d'où la formulation remonte par une mèche chauffée et s'évapore dans l'atmosphère locale.
MG	Microgranulé	Granulé dans une fourchette de granulométrie de 100 à 600 µm. Se référer à GR
MV	Plaquettes électriques	Plaquette composée de pulpe ou d'autres matériaux inertes appropriés et imprégnée d'ingrédient actif. La plaquette est prévue pour être utilisée dans une unité de chauffage conçue pour produire une volatilisation lente du principe actif.
PB	Appât en plaquette	Forme spéciale d'appât. Se référer à RB.
PC	Concentré sous forme de gel ou pâte	Formulation solide à appliquer sous forme de gel ou pâte après dilution avec de l'eau.

Annexe E

Code	Terme	Définition
PO	Versement	Solution à verser sur la peau des animaux en grande quantité (normalement plus de 100 ml par animal).
PS	Semence enrobée de pesticide	Forme d'application. Pas considéré comme type de formulation.
SA	Solution pour application locale	Solution pour application locale sur la peau des animaux en faible quantité (normalement moins de 100 ml par animal).
SB	Appât sur brisures	Forme spéciale d'appât. Se référer à RB.
SS	Poudre soluble dans l'eau pour traitement des semences.	Une poudre à dissoudre dans l'eau avant application à la semence.
TP	Poudre de piste.	Terme abandonné. Se référer à CP

DÉCLARATION D'INTÉRÊTS POUR LES EXPERTS DE LA FAO

Intitulé de la réunion ou du travail à effectuer, notamment la description du sujet traité, de la substance (composés et organismes), de la technologie ou du processus à examiner:

Les considérations de santé publique et la protection de l'environnement sont d'une importance primordiale dans l'ensemble du travail technique de la FAO. Des mesures doivent être prises pour assurer que l'évaluation des données scientifiques s'effectue le mieux possible, dans un climat d'indépendance, en l'absence de toute pression directe ou indirecte. Ainsi, pour garantir l'intégrité technique et l'impartialité du travail de la FAO, il est nécessaire d'éviter les situations où des intérêts financiers ou autres pourraient affecter les résultats de ces travaux.

Chaque expert est donc prié de déclarer tout intérêt qui pourrait donner lieu à un conflit d'intérêts réel, potentiel ou apparent, en ce qui concerne sa participation à une réunion ou à des travaux entre, d'une part, des entités commerciales et le participant à titre personnel ou, d'autre part, des entités commerciales et l'unité administrative qui emploie le participant. On entend par « entité commerciale » toute entreprise, association (par exemple une association commerciale), organisation ou toute autre entité avec des intérêts commerciaux.

Que faut-il entendre par conflit d'intérêts?

« Conflit d'intérêts » signifie que l'expert ou son/sa partenaire (« partenaire » inclut une épouse ou une autre personne avec qui l'expert a une relation personnelle intime de même nature), ou l'unité administrative qui l'emploie a un intérêt financier ou autre de nature à influencer indûment la position de l'expert par rapport au sujet traité. Il y a conflit d'intérêts apparent lorsqu'un intérêt, sans influencer nécessairement l'expert, peut faire que son objectivité est mise en question par des tiers. Il y a conflit d'intérêts potentiel lorsqu'une personne raisonnable ne peut pas déterminer si un intérêt doit ou non être signalé.

On peut envisager différents types d'intérêts financiers ou autres, d'ordre personnel ou concernant l'unité administrative qui emploie l'expert et la liste suivante, sans être exhaustive, est fournie à titre d'orientation. Par exemple, les types suivants de situations devraient être déclarés:

1. un intérêt de propriété actuel dans une substance, une technologie ou un procédé (par exemple la propriété d'un brevet), qui doit être examiné dans le cadre d'une réunion ou de travaux, ou qui est lié d'une autre manière à leur objet;
2. un intérêt financier actuel, par exemple des actions ou des obligations, dans une entité commerciale ayant un intérêt dans le sujet traité lors d'une réunion ou de travaux (sauf s'il s'agit d'actions dans un fonds commun de placement ou d'arrangements similaires où l'expert n'exerce aucun contrôle sur le choix des titres);
3. un emploi, une activité de consultant, une fonction de directeur ou tout autre poste occupé au cours des quatre dernières années, rémunéré ou non, dans une entité commerciale ayant un intérêt dans le sujet traité par la réunion ou les travaux, ou une négociation en cours concernant un emploi éventuel ou une autre association avec une telle entité commerciale;

4. l'accomplissement contre rémunération, au cours des quatre dernières années, d'un travail ou d'une recherche quelconques pour le compte d'une entité commerciale ayant un intérêt dans le sujet traité par la réunion ou les travaux;
5. un paiement ou toute autre forme d'appui, au cours des quatre dernières années, ou l'attente de l'appui futur d'une entité commerciale ayant un intérêt dans le sujet traité par la réunion ou les travaux, même si l'expert n'en tire aucun avantage personnel, mais si sa position ou son unité administrative s'en trouvent avantagées, par exemple une subvention ou une bourse ou un autre paiement, pour le financement, par exemple, d'un poste ou d'un travail de consultant.

En ce qui concerne ce qui précède, un intérêt dans une substance, une technologie ou un procédé concurrents, ou un intérêt dans une entité commerciale ayant un intérêt en concurrence directe, une association avec une telle entité, une activité pour son compte ou un appui par celle-ci doivent également être déclarés.

Comment remplir la déclaration

Veillez remplir cette déclaration et la transmettre au secrétariat de la FAO. Tout intérêt financier ou autre qui pourrait constituer un conflit d'intérêts réel, potentiel ou apparent doit être déclaré (1) en ce qui vous concerne ainsi qu'un partenaire, et (2) en ce qui concerne l'unité administrative qui vous emploie. Il suffit d'indiquer le nom de l'entité commerciale et la nature de l'intérêt, sans préciser les montants (mais vous pouvez le faire si vous estimez que ces renseignements sont pertinents pour évaluer l'intérêt en jeu). S'agissant des alinéas 1 et 2 de la liste ci-dessus, l'intérêt doit être déclaré uniquement s'il est actuel. Concernant les alinéas 3, 4 et 5, tout intérêt au cours des quatre dernières années doit être déclaré. Si l'intérêt n'est plus actuel, veuillez indiquer l'année où il a cessé. Pour ce qui est de l'alinéa 2, l'intérêt cesse lorsqu'un poste financé n'est plus occupé, ou si la période d'une bourse ou l'appui à une activité a pris fin.

Évaluation et résultats

Les informations que vous présentez seront utilisées pour évaluer si les intérêts déclarés constituent un conflit d'intérêts réel, potentiel ou apparent appréciable. Ce conflit d'intérêt fera que, en fonction de la situation (i) il vous sera demandé de ne pas prendre part à la partie de la discussion ou des travaux touchant cet intérêt, (ii) il vous sera demandé de ne pas participer à la réunion ou aux travaux, ou (iii) si la FAO juge que cela est adapté aux circonstances particulières, et avec votre accord, vous prenez part à la réunion ou aux travaux et votre intérêt est dévoilé publiquement.

Les informations fournies dans ce formulaire seront mises à la disposition de personnes extérieures à la FAO uniquement lorsque l'objectivité de la réunion ou des travaux est remise en question de telle sorte que le directeur général considère que la divulgation est dans l'intérêt supérieur de l'Organisation, et uniquement après vous avoir consulté au préalable.

Déclaration

Avez-vous, vous-même ou votre partenaire, un intérêt financier ou autre concernant le sujet traité par la réunion ou les travaux auxquels vous participerez, qui peut être considéré comme constituant un conflit d'intérêts réel, potentiel ou apparent ?

Oui: Non:

Si oui, veuillez donner des précisions dans l'encadré ci-dessous.

Type d'intérêt, par exemple brevet, actions, emploi, association, paiement (notamment des détails sur tout composé, travail, etc.)	Nom de l'entité commerciale	Appartient-elle à vous-même, votre partenaire ou à votre unité?	Intérêt actuel? (ou année de cessation)

Y a-t-il autre chose qui pourrait affecter votre objectivité ou votre indépendance au cours de la réunion ou des travaux, ou la perception qu'en ont les tiers ?

Je, soussigné, déclare que les informations fournies sont exactes et qu'aucune autre situation de conflits d'intérêt réel, potentiel ou apparent n'existe à ma connaissance. Je m'engage à informer la FAO de tout changement de circonstances, notamment si une question vient à se poser au cours de la réunion ou des travaux eux-mêmes.

Signature

Date

Nom

Institution

DECLARATION OF INTERESTS FOR WHO EXPERTS

WHO's work on global health issues requires the assistance of external experts who may have interests related to their expertise. To ensure the highest integrity and public confidence in its activities, WHO requires that experts serving in an advisory role disclose any circumstances that could give rise to a potential conflict of interest related to the subject of the activity in which they will be involved.

All experts serving in an advisory role must disclose any circumstances that could represent a **potential conflict of interest** (i.e., any interest that may affect, or may reasonably be perceived to affect, the expert's objectivity and independence). You must disclose on this Declaration of Interest (DOI) form any financial, professional or other interest relevant to the subject of the work or meeting in which you have been asked to participate in or contribute towards and any interest that could be affected by the outcome of the meeting or work. You must also declare relevant interests of your immediate family members (see definition below) and, if you are aware of it, relevant interests of other parties with whom you have substantial common interests and which may be perceived as unduly influencing your judgement (e.g. employer, close professional associates, administrative unit or department). Please note that not fully completing and disclosing all relevant information on this form may, depending on the circumstances, lead WHO to decide not to appoint you to WHO advisory bodies / functions in the future.

Please complete this form and submit it to WHO Secretariat if possible at least 4 weeks but no later than 2 weeks before the meeting or work. You must also promptly inform the Secretariat if there is any change in this information prior to, or during the course of, the meeting or work. All experts must complete this form before participation in a WHO activity can be confirmed.

Answering "Yes" to a question on this form does not automatically disqualify you or limit your participation in a WHO activity. Your answers will be reviewed by the Secretariat to determine whether you have a conflict of interest relevant to the subject at hand. One of the outcomes listed in the next paragraph can occur depending on the circumstances (e.g. nature and magnitude of the interest, timeframe and duration of the interest).

The Secretariat may conclude that no potential conflict exists or that the interest is irrelevant or insignificant. If, however, a declared interest is determined to be potentially or clearly significant, one or more of the following three measures for managing the conflict of interest may be applied. The Secretariat (i) allows full participation, with public disclosure of your interest; (ii) mandates partial exclusion (i.e., you will be excluded from that portion of the meeting or work related to the declared interest and from the corresponding decision making process); or (iii) mandates total exclusion (i.e., you will not be able to participate in any part of the meeting or work).

All potentially significant interests will be **disclosed** to the other participants at the start of the activity and you will be asked if there have been any changes. A summary of all declarations and actions taken to manage any declared interests will be **published** in resulting reports and work products. Furthermore, if the objectivity of the work or meeting in which you are involved is subsequently questioned, the contents of your DOI form may be made available by the Secretariat to persons outside WHO if the Director-General considers such disclosure to be in the best interest of the Organization, after consulting with you. Completing this DOI form means that you agree to these conditions.

If you are unable or unwilling to disclose the details of an interest that may pose a real or perceived conflict, you must disclose that a conflict of interest may exist and the Secretariat may decide that you be totally recused from the meeting or work concerned, after consulting with you.

Name:
Institution:
Email:

Date and title of meeting or work, including description of subject matter to be considered (if a number of substances or processes are to be evaluated, a list should be attached by the organizer of the activity):

Please answer each of the questions below. If the answer to any of the questions is "yes", briefly describe the circumstances on the last page of the form.

The term "you" refers to yourself and your immediate family members (i.e., spouse (or partner with whom you have a similar close personal relationship) and your children). "Commercial entity" includes any commercial business, an industry association, research institution or other enterprise whose funding is significantly derived from commercial sources with an interest related to the subject of the meeting or work. "Organization" includes a governmental, international or non-profit organization. "Meeting" includes a series or cycle of meetings.

EMPLOYMENT AND CONSULTING

Within the past 4 years, have you received remuneration from a commercial entity or other organization with an interest related to the subject of the meeting or work?

- 1a Employment Yes No
- 1b Consulting, including service as a technical or other advisor Yes No

RESEARCH SUPPORT

Within the past 4 years, have you or has your research unit received support from a commercial entity or other organization with an interest related to the subject of the meeting or work?

- 2a Research support, including grants, collaborations, sponsorships, and other funding Yes No
- 2b Non-monetary support valued at more than US \$1000 overall (include equipment, facilities, research assistants, paid travel to meetings, etc.) Yes No

Support (including honoraria) for being on a speakers bureau, giving speeches or training for a commercial entity or other organization with an interest related to the subject of the meeting or work?

INVESTMENT INTERESTS

Do you have current investments (valued at more than US \$5 000 overall) in a commercial entity with an interest related to the subject of the meeting or work? Please also include indirect investments such as a trust or holding company. You may exclude mutual funds, pension funds or similar investments that are broadly diversified and on which you exercise no control.

- 3a Stocks, bonds, stock options, other securities (e.g., short sales) Yes No
- 3b Commercial business interests (e.g., proprietorships, partnerships, joint ventures, board memberships, controlling interest in a company) Yes No

INTELLECTUAL PROPERTY

Do you have any intellectual property rights that might be enhanced or diminished by the outcome of the meeting or work?

- 4a Patents, trademarks, or copyrights (including pending applications) Yes No
- 4b Proprietary know-how in a substance, technology or process Yes No

PUBLIC STATEMENTS AND POSITIONS (during the past 3 years)

- 5a As part of a regulatory, legislative or judicial process, have you provided an expert opinion or testimony, related to the subject of the meeting or work, for a commercial entity or other organization? Yes No
- 5b Have you held an office or other position, paid or unpaid, where you represented interests or defended a position related to the subject of the meeting or work? Yes No

ADDITIONAL INFORMATION

- 6a If not already disclosed above, have you worked for the competitor of a product that is the subject of the meeting or work, or will your participation in the meeting or work enable you to obtain access to a competitor's confidential proprietary information, or create for you a personal, professional, financial or business competitive advantage? Yes No
- 6b To your knowledge, would the outcome of the meeting or work benefit or adversely affect interests of others with whom you have substantial common personal, professional, financial or business interests (such as your adult children or siblings, close professional colleagues, administrative unit or department)? Yes No
- 6c Excluding WHO, has any person or entity paid or contributed towards your travel costs in connection with this WHO meeting or work? Yes No

6d Have you received any payments (other than for travel costs) or honoraria for speaking publicly on the subject of this WHO meeting or work? Yes No

6e Is there any other aspect of your background or present circumstances not addressed above that might be perceived as affecting your objectivity or independence? Yes No

7. TOBACCO OR TOBACCO PRODUCTS (*answer without regard to relevance to the subject of the meeting or work*)

Within the past 4 years, have you had employment or received research support or other funding from, or had any other professional relationship with, an entity directly involved in the production, manufacture, distribution or sale of tobacco or tobacco products or representing the interests of any such entity? Yes No

EXPLANATION OF "YES" RESPONSES: If the answer to any of the above questions is "yes", check above and briefly describe the circumstances on this page. **If you do not describe the nature of an interest or if you do not provide the amount or value involved where relevant, the conflict will be assumed to be significant.**

Nos. 1 - 4: Type of interest, question number and category (e.g., Intellectual Property 4.a copyrights) and basic descriptive details.	Name of company, organization, or institution	Belongs to you, a family member, employer, research unit or other?	Amount of income or value of interest (if not disclosed, is assumed to be significant)	Current interest (or year ceased)

Nos. 5-6: Describe the subject, specific circumstances, parties involved, time frame and other relevant details

CONSENT TO DISCLOSURE. By completing and signing this form, you consent to the disclosure of any relevant conflicts to other meeting participants and in the resulting report or work product.

DECLARATION. I hereby declare on my honour that the disclosed information is true and complete to the best of my knowledge.

Should there be any change to the above information, I will promptly notify the responsible staff of WHO and complete a new declaration of interest form that describes the changes. This includes any change that occurs before or during the meeting or work itself and through the period up to the publication of the final results or completion of the activity concerned.

Date: _____

Signature _____

**ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET
L'AGRICULTURE**



ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ



ENGAGEMENT DE CONFIDENTIALITÉ

- 1) L'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (« FAO »), agissant par l'intermédiaire de sa Division de la production végétale et de la protection des plantes, et l'Organisation mondiale de la santé (« OMS »), agissant par l'intermédiaire de son Département de lutte contre les maladies tropicales négligées, ont accès à certaines informations concernant les pesticides, notamment, mais non seulement, aux spécifications des pesticides, dont la FAO et l'OMS considèrent les informations comme étant leur propriété et ou celles des parties collaborant avec elles, notamment, mais non seulement, les fabricants de ces pesticides (ci-après dénommées « les informations »).
- 2) Le soussigné, en tant que [participant à] [conseiller temporaire] à la Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications de pesticides (« JMPS »), peut avoir accès à ces informations dans le cadre de sa participation et/ou de ses contributions aux réunions de la JMPS.
- 3) La FAO et l'OMS sont prêtes à fournir, ou à prendre des dispositions pour la fourniture de ces informations au soussigné dans le seul but de remplir ses responsabilités dans le cadre des activités de la JMPS, sous réserve que le soussigné s'engage à traiter ces informations comme confidentielles et à ne les divulguer qu'aux personnes qui ont besoin de les connaître dans le cadre des activités de la JMPS et sont liées par des obligations similaires de confidentialité et de non-utilisation que celles contenues dans cet engagement.
- 4) Le soussigné s'engage à considérer les informations comme confidentielles et appartenant à la FAO et/ou l'OMS, et/ou les parties collaborant avec la FAO et/ou l'OMS (notamment mais non seulement les fabricants de pesticides) et accepte de prendre toutes les mesures raisonnables pour s'assurer que les informations ne soient pas utilisées, divulguées ou copiées, en tout ou partie, d'une façon autre que celle prévue par cet engagement, sauf que le soussigné ne sera pas lié par ces obligations s'il peut clairement démontrer que ces informations:
 - a) étaient déjà connues de lui/elle avant toute divulgation par ou pour le compte de la FAO et/ou de l'OMS au soussigné; ou
 - b) étaient dans le domaine public au moment de la divulgation par ou pour le compte de la FAO et/ou de l'OMS au soussigné; ou
 - c) tombent dans le domaine public sans aucune faute de la part du soussigné;
 - d) sont mises à la disposition du soussigné par une tierce partie sans aucune violation des obligations légales de confidentialité.

- 5) Le soussigné s'engage également à ne pas communiquer les délibérations et les décisions des réunions de la JMPS aux personnes extérieures à ces réunions sauf en cas de convention avec la FAO et de l'OMS.
- 6) Les obligations du soussigné demeureront en vigueur après la fin de ses responsabilités dans le cadre de la JMPS.
- 7) Le soussigné accepte de retourner toute copie de toute information à la FAO et/ou à l'OMS (en fonction de qui, ou pour le compte de qui, les informations ont été fournies au soussigné), immédiatement après l'achèvement de leur examen par la JMPS.
- 8) Rien dans cet engagement, ou dans tout document s'y rapportant, ne saurait être interprété comme une renonciation aux privilèges et immunités de la FAO et/ou de l'OMS. [Note: les experts/conseillers temporaires en mission bénéficient de certains privilèges et immunités.]
- 9) Tout litige relatif à l'interprétation ou l'application de cet engagement sera, à moins d'un accord amiable, l'objet d'une conciliation conformément aux règles de conciliation de la Commission des Nations Unies pour le droit commercial international (CNUDCI) actuellement en vigueur. En cas d'échec de cette dernière, le litige sera tranché par voie d'arbitrage. L'arbitrage sera mené conformément aux règles d'arbitrage de la CNUDCI actuellement en vigueur. Les parties devront accepter la décision de l'arbitrage comme jugement final de ce litige.

Nom:

Signature:

Date:

Annexe G

LETTRÉ D'ACCÈS AUX DONNÉES CONFIDENTIELLES

[Adressée à l'évaluateur **et** à l'autorité d'homologation]

Dans le cadre du processus d'élaboration des spécifications des pesticides de la FAO/OMS, il est nécessaire d'évaluer si oui ou non les données confidentielles sur le processus de fabrication, la pureté et les impuretés fournies à l'appui du matériel technique pour lesquelles une spécification FAO/OMS est proposée sont semblables à celles évaluées par une autorité compétente aux fins d'homologation du pesticide.

Le but de cette lettre d'accès, fournie par [nom et adresse de la société] en appui à l'élaboration des spécifications des pesticides pour [nom du principe actif], est de fournir à l'évaluateur, [nom de l'évaluateur], nommé par [OMS ou FAO ou les deux] et l'autorité d'homologation ce qui suit:

[La société doit choisir une des deux options suivantes. L'option qui est la plus appropriée dans le cas de l'évaluateur sera préférée. L'option qui n'est pas utilisée sera effacée. Si le pesticide est homologué pour les deux utilisations, agricole et en santé publique, par des autorités différentes (que ce soit dans un pays ou deux), la société doit identifier les deux autorités. La lettre doit stipuler le numéro d'homologation afin de faciliter l'accès aux fichiers nationaux. La société doit s'assurer que la lettre contient les coordonnées complètes, y compris l'email et l'adresse postale, de la personne à contacter et de l'autorité nationale.]

- i) Autorisation aux données d'homologation soumises par [nom de la société] pour [nom du principe actif] détenues par [nom de l'autorité d'homologation], en sa qualité d'autorité nationale d'homologation des pesticides en [nom du pays].; OU
- ii) Autorisation d'envoyer les données fournies par [nom de la société] pour [principe actif] à [nom du contact et adresse complète de l'autorité d'homologation] pour l'évaluation de la similitude et la communication ultérieure avec l'évaluateur, [nom de l'évaluateur].

Cette autorisation ne concerne que la substance mentionnée ci-dessus fabriquée par [nom de la société] pour l'objectif prévu tel que décrit ci-dessus.

..... [signé par le représentant de la société]

cc: [Autorité d'homologation]
FAO
OMS

Annexe H

Calcul de la contribution dans le pire des cas possibles par une impureté aux dangers toxiques du principe actif (voir Section 3.D.2.3)

Les calculs montrés ci-dessous sont normalement utilisés par OMS/PISCC pour conseiller la JMPS. Ils sont présentés ici aux fins de transparence.

Les calculs sont basés sur les concentrations connues du principe actif, et de l'impureté dans le produit et la toxicité (DL₅₀, DJA, BMD, NOAEL, LOAEL, etc.) de l'impureté et du matériel technique (TC), ou du prémélange (TK). Les calculs appliquent le modèle d'additivité des doses (SCHER 2011) pour le principe actif et les impuretés, car 1) les effets synergiques entraînant plus que des effets additifs sont exceptionnels à de faibles niveaux d'exposition, et 2) la recommandation du PISCC est que même pour l'additivité des réponses, le modèle d'additivité des doses peut être utilisé comme scénario du pire cas possible (Meek et al 2011). Ils ne sont pas utilisés pour l'évaluation de la pertinence des impuretés qui sont cancérigènes, mutagènes, sensibilisantes, toxiques pour la reproduction ou le développement, ou irritantes pour les yeux ou la peau (voir Section 3.D.2.3).

L'additivité des doses pour un mélange de produits chimiques peut être exprimée comme

$$\frac{C_{ai} \text{ g/kg}}{TOX_{ai}} + \sum_1^n \frac{C_{imp_i} \text{ g/kg}}{TOX_{imp_i}} = \frac{1000 \text{ g/kg}}{TOX_{TC}} \quad (1)$$

où C_{ai} et C_{imp} sont les concentrations du principe actif et des impuretés, TOX_{ai}, TOX_{imp} et TOX_{TC} la toxicité du principe actif, des impuretés et du matériel technique en chiffres inversement liés à la puissance toxique (comme DL₅₀, NOAEL, LOAEL, BMD, BMDL). Il est à noter que la valeur TOX_{ai} n'est généralement pas disponible et TOX_{TC} doit représenter la valeur du matériel technique spécifique en train d'être évalué.

Calcul

- (1) Calculer la concentration maximale acceptable d'une impureté dans le TC.

L'augmentation maximale acceptable de la toxicité du TC – considérée comme une augmentation négligeable du danger est de 10 pour cent. En l'absence d'autres impuretés toxiques, il peut être déduit de l'équation (1) que:

$$\frac{C_{impmax}}{TOX_{imp}} = 0.1 * \frac{1000 \text{ g/kg}}{TOX_{TC}} \text{ d'où } C_{impmax} = \frac{100 * TOX_{imp}}{TOX_{TC}} \text{ g/kg}$$

où C_{impmax} est la concentration maximale acceptable de l'impureté, TOX_{imp} = la toxicité de l'impureté, et TOX_{TC} la toxicité du TC. S'il y a plus d'une impureté qui peut être pertinente, le total des impuretés acceptables sera calculé en utilisant les toxicités relatives des différentes impuretés.

- (2) Évaluer la pertinence de l'impureté.

Si la concentration réelle la plus élevée possible de l'impureté (limite du contrôle de la qualité de fabrication) est inférieure à 10 pour cent du C_{impmax} calculé ci-dessus, il en est généralement conclu que l'impureté dans le TC n'est pas pertinente - mais peut être pertinente dans d'autres TC avec le même principe actif (voir Section 3.D.2.3).

Exemple 1

La CL₅₀ orale aiguë d'une impureté est de 100 mg/kg pc et celle du matériel technique est de 1000 mg/kg pc. La pureté minimale du TC est de 920 g/kg, et la limite du contrôle de la qualité de fabrication de l'impureté, appuyée par l'analyse de 5 lots, est de 2 g/kg.

$$C_{impmax} = \frac{100 * 100}{1000} \frac{g}{kg} = 10 \text{ g/kg}$$

La limite maximale acceptable de concentration d'impuretés est par conséquent de 10 g/kg. Avec la pureté minimale du TC de 920 g/kg, une concentration de l'impureté de 10 g/kg est possible. Par conséquent, la limite du contrôle de la qualité de fabrication de 2 g/kg dépasse les 10 pour cent de la limite maximale applicable de 10 g/kg, et l'impureté est donc pertinente.

Exemple 2

Un pesticide biologique a une pureté minimale de 200 g/kg. La CL₅₀ orale aiguë d'une impureté est de 2000 mg/kg pc et celle du principe actif est de 1000 mg/kg pc. C'est-à-dire que l'impureté est moins dangereuse que le principe actif. La limite du contrôle de la qualité de fabrication, appuyée par l'analyse de 5 lots, est de 20 g/kg.

$$C_{impmax} = \frac{100 * 2000}{1000} \frac{g}{kg} = 200 \text{ g/kg}$$

La limite maximale acceptable de concentration d'impuretés est par conséquent de 200 g/kg. Avec la pureté minimale du TC de 200 g/kg, une concentration de l'impureté de 200 g/kg est possible. La limite du contrôle de la qualité de fabrication de 20 g/kg est égale à 10 pour cent de la limite maximale acceptable, et l'impureté est donc pertinente.

Exemple 3

La CL₅₀ orale aiguë d'une impureté est de 400 mg/kg pc et celle du matériel technique de 600 mg/kg pc. La pureté minimale du TC est de 980g/kg, et la limite du contrôle de la qualité de fabrication, appuyée par l'analyse de 5 lots, est de 5 g/kg.

$$C_{impmax} = \frac{100 * 400}{600} \frac{g}{kg} = 66.7 \text{ g/kg}$$

Arrondir à un chiffre significatif (ou un chiffre et demi lorsque la différence serait trop importante), la limite maximale de concentration d'impuretés est donc de 70 g/kg. Avec la pureté minimale du TC de 980 g/kg, une concentration de l'impureté de 70 g/kg n'est pas possible. En outre, la limite du contrôle de la qualité de fabrication de 5 g/kg est inférieure à 10 pour cent de la limite maximale acceptable de 70 g/kg, et l'impureté n'est donc pas pertinente.

Annexe J

Calcul des tolérances élargies pour la teneur en principe actif de formulations solides mélangées (Section 4.3.3)

Les mélanges solides ne peuvent pas être mélangés parfaitement mais, même si la perfection pouvait être atteinte, la dispersion des résultats analytiques demeurerait dépendante de la taille de la portion d'essai analysée. Par conséquent, la taille de la portion d'essai à analyser doit être définie dans une spécification pour le mélange de matières solides.

La méthode pour calculer les tolérances élargies de ces mélanges est empirique, basée sur ce qui est couramment réalisable dans la pratique avec un mélange prudent de composants solides qui sont bien assortis en taille et en densité, et par l'analyse de portions d'essai aux tailles appropriées. Les valeurs de B, dans les calculs ci-dessous, ne sont pas conçues comme des tolérances pour l'ajout d'un composant à un mélange, même si elles englobent inévitablement ces variations. Elles offrent une approche simple pour définir des limites qui sont censées englober toutes les sources de variation dans la fabrication, l'échantillonnage et l'analyse.

Calcul

- (i) Calculer les limites supérieures et inférieures de chaque principe actif présent dans chaque composant de la formulation du mélange, en se référant aux tolérances données à la Section 4.3.2.

Limite supérieure du principe actif dans sa formulation (E_H) = g/kg déclaré + tolérance

Limite inférieure du principe actif dans sa formulation (E_L) = g/kg déclaré – tolérance

- (ii) Calculer les limites supérieures et inférieures de chaque composant du mélange, en appliquant les tolérances prévues pour la teneur en principe actif dans la Section 4.3.2.

Limite supérieure du composant du mélange (F_H) = g/kg déclaré + tolérance

Limite inférieure du composant du mélange (F_L) = g/kg déclaré – tolérance

- (iii) Calculer les limites supérieures et inférieures de chaque principe actif du mélange.

Limite supérieure du principe actif dans le mélange = $(E_H \times F_H)/1000$ g/kg

Limite inférieure du principe actif dans le mélange = $(E_L \times F_L)/1000$ g/kg

Exemple

La formulation WG A qui, selon la déclaration, contient le principe actif X à 20% (200 g/kg), est mélangée avec la formulation WG B qui, selon la déclaration, contient le principe actif Y à 65% (650 g/kg). Le ratio déclaré des formulations A:B dans le mélange est 70%:30% et par conséquent les teneurs déclarées de X et Y dans le mélange sont 14% (140 g/kg) et 19,5% (195 g/kg), respectivement.

Principe actif X

- (i) D'après la Section 4.3.2, la tolérance pour le principe actif X dans la formulation A est $\pm 6\%$ (qui est égale à ± 12 g/kg) et par conséquent ses limites supérieures et inférieures en A sont:

$$200 + 12 = 212 \text{ g/kg}$$

$$200 - 12 = 188 \text{ g/kg}$$

- (ii) En appliquant les valeurs de la Section 4.3.2 à la formulation au lieu du principe actif, la tolérance pour la formulation A dans le mélange est ± 25 g/kg ($\pm 3.6\%$) et par conséquent ses limites supérieures et inférieures dans le mélange sont:

$$700 + 25 = 725 \text{ g/kg}$$

$$700 - 25 = 675 \text{ g/kg}$$

- (iii) Les limites inférieures et supérieures du principe actif X dans le mélange sont par conséquent:

$$(212 \times 725)/1000 = 153.7 \text{ g/kg}$$

$$(188 \times 675)/1000 = 126.9 \text{ g/kg}$$

Note. Sans expansion, la tolérance pour X à 140 g/kg dans le mélange serait $\pm 6\%$, impliquant des limites supérieures et inférieures de 148.4 g/kg et 131.6 g/kg, respectivement. Les tolérances élargies ne représentent pas un plus et un moins du même pourcentage exactement que la valeur déclarée.

Principe actif Y

- (i) D'après la Section 4.3.2, la tolérance pour le principe actif Y dans la formulation B est ± 25 g/kg et par conséquent ses limites inférieures et supérieures en B sont:

$$650 + 25 = 675 \text{ g/kg}$$

$$650 - 25 = 625 \text{ g/kg}$$

- (ii) En appliquant les valeurs dans la Section 4.3.2 à la formulation au lieu du principe actif, la tolérance pour la formulation B dans le mélange est $\pm 5\%$ (qui est égale à ± 15 g/kg) et par conséquent ses limites supérieures et inférieures dans le mélange sont:

$$300 + 15 = 315 \text{ g/kg}$$

$$300 - 15 = 285 \text{ g/kg}$$

- (iii) Les limites supérieures et inférieures du principe actif Y dans le mélange sont par conséquent:

$$(675 \times 315)/1000 = 212.6 \text{ g/kg}$$

$$(625 \times 285)/1000 = 178.1 \text{ g/kg}$$

Note. Sans expansion, la tolérance pour Y à 195 g/kg dans le mélange serait de $\pm 6\%$, impliquant des limites supérieures et inférieures de 206,7 g/kg et 183,3 g/kg, respectivement. Les tolérances élargies ne représentent pas un plus et un moins du même pourcentage exactement que la valeur déclarée.

En 2001, l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et l'Organisation mondiale de la santé (OMS) ont convenu d'élaborer des spécifications pour les pesticides conjointement, fournissant ainsi des normes uniques, robustes et universellement applicables pour la qualité des pesticides. Ce programme conjoint est basé sur un protocole d'accord entre les deux organisations.

La révision de mars 2016 de la première édition du Manuel sur l'élaboration et l'utilisation des spécifications de la FAO et de l'OMS pour les pesticides, qui est disponible uniquement sur internet, remplace la révision de 2010 et les précédents manuels et documents d'orientation publiés par la FAO ou l'OMS sur ce sujet. Il fournit le processus standard, les exigences et procédures unifiées, les définitions et nomenclatures harmonisées, les directives et les normes techniques applicables aux pesticides pour une utilisation dans l'agriculture et la santé publique. Les spécifications FAO/OMS pour les pesticides basées sur ce manuel sont élaborées par la Réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications des pesticides (JMPS) et publiées sur les sites web des deux organisations:

<http://www.fao.org/agriculture/crops/core-themes/theme/pests/jmps/ps-new/en/>

et

<http://www.who.int/WHOPES/quality/>

Les spécifications FAO/OMS s'appliquent uniquement aux produits des fabricants dont le produit technique a été évalué. Les spécifications peuvent être utilisées pour offrir un point de référence international par rapport auquel la qualité des produits peut être jugée, que ce soit pour des fins réglementaires ou dans les relations commerciales, permettant ainsi d'empêcher le commerce, la vente et l'utilisation de produits pesticides de qualité inférieure. Ainsi les spécifications amélioreront la confiance dans l'achat et l'utilisation de pesticides et, en même temps, favoriseront une meilleure lutte contre les ravageurs, une production agricole saine, des mesures de lutte antivectorielle efficaces et une meilleure sécurité pour l'utilisateur, le public et l'environnement à travers le monde, en particulier dans les pays en développement.

ISBN 978-92-5-209265-0 ISSN 1014-1219



9 789252 092650

I5713FR/1/05.17